Instructions for Use
Gebrauchsanweisung
Mode d'emploi

Tenupol-2

Struers

Valhøjs Allé 176
DK-2610, Rødovre/København
Danmark

T E N U P O L

INDEX

		Page
1 - DESCRIPTION OF THE APPARATUS AND ITS FUNCTIONING.		1
1.1	TENUPOL	1
1.2	Rectifier Unit	4
1.3	Extra Equipment for TENUPOL	4
2 - DIRECTIONS FOR INSTALLATION AND USE		5
2.1	Installation	5
2.2	Directions for Use	6
2.21	Pre-treatment of the Specimen	6
2.22	Thinning, General	6
2.23	Pre-thinning	7
2.24	"Electrolytic blanking"	7
2.25	Final Thinning	8
2.26	Photocell	9
3 - ELECTROLYTES		10
3.1	Table of the Electrolytes	10
3.2	Perchloric Acid Hazard ?	11
3.3	Deterioration of Electrolytes	11
4 - THINNING EXAMPLES		12
4.1	Thinning in the 10 mm Specimen Holder	12
4.2	Thinning in the 3 mm Specimen Holder	12
5 - POLISHING DEFECTS		13
6 - CLEANING AND MAINTENANCE		15
7 - LIST OF SPARE PARTS		16

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/manualsplus_12528

1. Description of the apparatus and its functioning.

1.1 TENUPOL

The apparatus consists of the following main parts:

Fig. 1.1. Insulated tank.

Fig. 1.2. Support plate with pump and cooling coil.

Fig. 1.3. Polishing cell.

Fig. 1.4. Nozzle units. (Set of two).

Fig. 1.5. Specimen holder.

Fig. 1.6. Housing for pump motor etc.

Fig. 1.7. Thermometer, +20° to +50° C.

Description of the parts:

Fig. 1.1. Insulated tank. This is made from acid resistant P.V.C. plastic.

Fig. 1.2. Support plate with pump and cooling coil. The support plate, made from acid resistant P.V.C., carries the electrolyte pump (fig. 2.1) and the cooling coil (fig. 2.2). The electrolyte pump is made from acid resistant stainless steel and is a pressure pump, forcing the electrolyte up through an Y-tube (fig. 2.3.) to the two polishing chambers in the polishing cell.
If cooling to a working temperature above app. 15°C is wanted, cold water (from a faucet) is circulated through the cooling coil (fig. 2.2.) which is also made from acid resistant stainless steel. To obtain working temperatures below about 15°C the circulating fluid must be refrigerated. The TENUPOL is designed for being cooled down to about -50°C. (The cooling fluid must then be minus 70°)
A thermometer (fig. 1.7.) is put into the hole fig. 2.4.
The support plate further carries the housing (fig. 1.6.) containing the motor and the electrical parts.

Fig. 1.3. The polishing cell.
The polishing cell is constructed from acid resistant P.V.C. It contains three chambers, separated from each other by the removable nozzle units fig. 1.4. Light from a lamp fig. 3.1. is sent through

a glass window at the rear end of the polishing cell. The lamp has a 3,7 V 1 W bulb with built in lens, fed from a transformer in the housing (fig. 1.6.) A magnifier (fig. 1.9.) at the front end of the polishing cell permits the specimen to be observed with a magnification of app. 2 x. In front of the magnifier (fig. 1.9.) the photocell (see below) may be fitted by means of the two threaded holes (fig. 1.15).

The electrolyte is pumped into the two outer chambers through the tubes (fig. 2,5), is forced through the nozzles of the nozzle units (fig. 1.3), rises in the middle chamber, where the specimen holder (fig. 1.5) is placed, and flows back to the electrolyte tank by an overflow and the tubes (fig. 2.6).

Fig. 1.4. and Fig. 2.7. Nozzle units.

The two nozzle units are made from polyethylene, apart from the nozzles proper, (fig. 2.8.), which are made from teflon. The standard nozzle has a bore of 1 mm dia. but extra nozzle units with a bore of 2,5 mm can be delivered (see below).

The nozzle is surrounded by a helix of platinum wire (cathode), (fig. 2.9.) which is connected to a plug (female). This is connected to a banana plug, when the nozzle unit has been mounted in the polishing cell. Through the housing (fig. 1.6.) this banana plug is in connection with the negative terminal of a rectifier unit or other suitable DC-source. The nozzle unit is fastened in the polishing cell by the flange (fig. 2.11), which is pressed into a recess in the polishing cell. (See section 2.22 "Thinning, general".)

Fig. 1.5. and fig. 2.12. Specimen Holder.

The standard specimen holder is designed for thinning specimens of 3 mm or 2,3 mm outer diameter, max. thickness o,5 mm. The specimen is placed in a platinum fixture, which by a strip of stainless steel and a bush is in connection with a banana plug. (fig. 1.11.) This is to be connected to the positive terminal of the rectifier unit

The two halves of the specimen holder are assembled by pressing the collar flange (fig. 2.14) into the recess (fig 2.15).

As an extra can be delivered a specimen holder with an aperture of 10 mm dia. (see below).

Fig. 1.6. Housing for pump motor etc.

This box contains the pump motor, solid state speed control for the pump motor, a transformer (220V/110V/3V) for supplying power to motor, lamp and photocell, a noise filter, a socket, where the board with the photocell electronics may later be plugged in, a fuse (see below) etc.

On the front plate of the box are found a mains switch (fig. 1.12) with pilot lamp, a switch for polishing current and pump (fig. 1.13) with a pilot lamp, and an adjustment knob for varying the speed of the pump motor. This takes place by means of a thyristor circuit (printed wiring). The scale goes from low speed (0) to high speed (10). If the regulation for the motor does not work well, it may be ajusted on the two potentiometers situated on the regulation board in the housing. They may be found close to the polishing cell. The upper one is for fine ajustment. When the switch (fig. 1.3) is closed, the pump starts at a comparatively high speed for 2 seconds, in order to fill the polishing chambers with electrolyte. Then the speed is automatically changed to that set on the knob (fig. 1.4). After the 2 seconds the pilot lamp will light up, indicating that the polishing circuit has been closed.

From the rear side of the housing the following cables come out: mains cable (fig. 3.2.), cable to rectifier (fig. 3.3.), with plug for the POLIPOWER, LECTROPOL or MOVIPOL OPERATING UNIT (see further section 2.1), two leads with black banana plugs (fig. 3.4) for nozzle units, lead with red banana plug (fig. 3.4) for nozzle units, lead with red banana plug (fig. 3.5) for specimen holder and cable for lamp (fig. 3.6). Also on the rear side is found a connector (fig. 3.7) for the connection to the photocell.(Extra outfit, see below).

Electrical specifications.

Mains voltage: 220V or 110V AC. The apparatus is delivered from the factory for the mains voltage indicated on the name plate on the rear side of the box. As it is always delivered with a built-in transformer, change-over to another mains voltage is possible by a simple change of connections.

Pump motor: commutator motor, 220 V, 80 W max.

Illumination lamp on polishing cell: 3,7V, 1W.

Fuse: 0,5 A

ATTENTION: The fuse is situated inside the box. To renew the fuse, it is necessary to take off the cover (4 screws).

1.2. Rectifying unit

For the polishing cell of TENUPOL a rectified current ("thinning current") of 0 to 2,5 A at a voltage of 0-100 V is needed. In principle, this may be taken from any suitable rectifier. We recommend to use the POLIPOWER but the Operating Unit of either LECTROPOL (code word LECOC) or MOVIPOL (code word MOVPO) may also be used.

1.3. Extra equipment for the TENUPOL

10 mm specimen holder.

In place of the standard specimen holder for specimens of 3 mm (2,3 mm) dia. a holder for specimens of diametres from 12 to 23 mm can be put in. The thinned area is 10 mm dia.

The "10 mm" specimen holder is used in cases, where it is wanted to cut a small pieses, less than 3 mm (2,3 mm), from the thinned sample. It is also used for pre-thinning of specimens, which are later to be thinned in the 3 mm (2,3 mm) speçimen holder. The "10 mm" holder is also used for "electrolytic blanking" of the 3 mm (2,3 mm) blanks (see below).

Nozzle Units 2.5 mm.

Instead of the normal nozzle units with an internal diameter of 1 mm, nozzle units with 2.5 mm internal diameter can be inserted by the user. (Code word TENAH).

The 2.5 mm nozzles are used for polishing 10 mm dia. areas and moreover when a nearly stagnant electrolyte is wanted.

Equipment for "electrolytic blanking" of 3 mm (2,3 mm) dia. specimens.

When a sample has been ground down or thinned electrolytically to a thickness of 0,1 to 0,5 mm, a blanking becomes necessary for getting specimens to put into the 3 mm (2,3 mm) specimen holder. This may be done in an ordinary blanking tool, but when using the special outfit (code word TENKI) it is possible to cut out the work piece electrolytically, which ensures, that absolutely no deformations are introduced. Two to five discs of special tape are stuck onto the piece, from which the 3 mm (2,3 mm) specimens are to be cut, and the piece is mounted in the 10 mm holder. After about 10 minutes of electropolishing specimens of 3 mm (2,3 mm) dia., ready for the final thinning, are obtained.

Photocell (see also section 2,26)

If it is wanted to stop the thinning automatically as soon as a hole is formed in the specimen, a photocell (code word TENOF) may be mounted on the polishing cell in front of the magnifier (fig. 1.9.) In the box for the pump motor is provided a socket for plugging-in the electronic circuit for the photocell.

As soon as a very small hole appears in the specimen, the photocell equipment will switch off polishing current and pump and activate a buzzer.

The complete photocell with the corresponding printed circuit can be easily installed by the user.

Refrigerating unit.

For electropolishing certain materials a lower temperature is necessary than obtainable by circulating cold water in the cooling coil. In such cases a cooling machine must be used, which is able to circulate a cooling fluid through the coil. By using suitable cooling equipment temperatures down to -50°C can be obtained. Struers can deliver, as an extra equipment, a refrigerating unit, e.g. type FK by Gebr. Haake; this delivers a cooling fluid of ÷15°C, and will bring the electrolyte temperature below ÷10°C.

2. Directions for installation and use

2.1 Installation.

First of all, see that the voltage stated on the name plate on the rear side of the box corresponds to the local mains voltage. (See section 1.1. "Electrical specifications.")

Then mount a plug on the mains cable so that:

Blue lead is connected to phase,
black lead is connected to neutral and
yellow/green lead is connected to ground.

If a DC-source is to be used, where the connector on the polishing current cable does not fit, mount another connector, so that:

blue lead is connected to positive terminal and
black lead is connected to negative terminal.

The cooling coil is connected to water tap or refrigerating unit as required by means of two flexible tubes.

As to installation of photocell please refer to special instructions enclosed with the photocell.

2.2. Directions for use.

2.21 Pre-treatment of the specimen.

The aim of the pre-treatment is to prepare disc of 3 mm (2,3 mm) dia. thickness 0,1 to 0,5 mm. Methods such as spark-machining or mechanical turning and cutting are well known.

The preparation can also be done on the TENUPOL (see 2.23 and 2.24) the original sample being a cut-off disc, thickness max. 1 mm, diameter max. 23 mm. Such a disc may e.g. be cut on the DISCOTOM cut-off machine in the following way: a plane metal block is clamped as a stop at a distance of 0,4 - 2 mm from the side of the cut-off wheel. A plane face on the metal, which later is to be thinned, is pressed against the stop block and clamped. When cutting-off in the normal way, the metal between the stop block and the cut-off wheel will be parted off as a plate. The metal stop block takes care of the cooling of the plate and ensures, that the cut-off wheel is not bent. The parted-off plate is now ground down on abrasive paper, e.g. on KNUTH-ROTOR. It is recommended to fix the plate to a plane block of metal by means of double-adhesive tape. It is ground first on one side then on the other on the rotating disc, finished with grain 600 paper and should then be max. 1 mm thick.

2.22 Thinning, general.

About 1 liter of the electrolyte suitable for the metal in question (see section 3 and 4) is poured into the electrolyte tank. The temperature is adjusted (section 4). The nozzles are placed in the polishing cell. Usually 1 mm nozzles are used for 3 mm (2,3 mm) specimens and 2,5 mm nozzles for the 10 mm specimen holders, but the 2,5 mm nozzles may also be used for the 3 mm (2,3 mm) specimens if a nearly stagnant electrolyte is wanted.

The nozzle units are removed by being pressed towards the center of the open middle chamber, the specimen holder being drawn out, and are fixed by the opposite movement. The nozzle units are pressed home by pressing the specimen holder down between them. The specimen is placed in the holder, so that it makes contact with the platinum. The holder is closed and slid down into the cell. If the photocell equipment shall be used: see 2.26. The DC-source is switched on and set to the value chosen for the polishing. Also the pump speed is set to the chosen value, 0-4: slow, 4-6: middle, 6-10: fast. The mains switch ("Mains") is closed, whereby the illumination lamp lights up. The switch "Thinn" is closed. The pump now starts. After 2

seconds the polishing chambers are filled and when the pump speed drops the polishing circuit is closed automatically. It is now possible to readjust current, voltage and pump speed. If in doubt how much electrolyte is passing the cell the user may lift the front edge of the support plate a little to watch the flow. The specimen is watched through the magnifier and the progress of the polishing observed. Some materials should be bright and shining during polishing, others should be covered by a viscous anodic layer (colour: yellowish to black) if the polishing conditions are well chosen. The proper moment to stop the progress depends on, whether pre-thinning (see point 2.23), "electrolytic blanking" (see point 2.24) or final thinning (see point 2.25) is going on. The process is terminated either by the photocell at the moment of perforation or by switching off the motor and polishing current by the switch "Thinn". The specimen holder is at once drawn up and opened in a rinsing bath, whereby the specimen will fall out. If another polishing is not to be done at once, it is recommended to switch off also the mains voltage and the DC-source.

2.23. Pre-thinning.

The cut-off and possibly preground plate can be pre-thinned by means of the specimen holder providing bilateral polishing of an area of 10 mm dia. (Extra equipment. Code word TENHO). To fit the specimen holder, the plate must be not more than 1 mm thick and not more than 23 mm dia. The 2,5 mm nozzles are used (Extra equipment: Code word TENAH). For polishing procedure see section 2.22. The polishing should not be carried on to perforation. In most cases 5 minutes will suffice. After pre-thinning the thickness should be 0,1 - 0,5 mm.

2.24 "Electrolytic blanking."

When equipped with the 2.5 mm nozzles the TENUPOL may be used for cutting out 3 mm (2,3 mm) specimens electrolytically in the 10 mm specimen holder. The larger specimen, which should be 0,1 - 0,5 mm thick, is first degreased in alcohol. One side of the specimen is covered completely with a special acid-resistant tape, having an acid-resistant adhesive. On the other side are stuck 1-4 discs of tape of 3 mm (2.3 mm) dia. within a circle of 10 mm dia. The tape is available as a kit (Extra equipment. Code word TENKI). The tape must be pressed securely against the metal. The specimen is now put into the specimen holder, so that there is a free area, which

can be polished away, around the small tape discs.
When the holder has been put into the cell the cathode on the side where the specimen is completely covered is disconnected by pulling out the banana plug. The specimen is then polished in the usual way until the exposed area has disappeared. The 3 mm (2,3 mm) metal specimens will now be present under the tape discs. They are freed, washed and are ready for the final thinning.

2.25 Final thinning.

This will normally consist in polishing of 3 mm (2.3 mm) dia. specimens with the 1 mm nozzles. The procedure is as under 2.22. The polishing is carried on until a small hole appears, and must be stopped as soon as the light breaks through the specimen, which is illuminated from behind.
If the process is stopped manually, it is necessary, with the hand on the switch, to watch the specimen constantly towards the end of the process. The switch is flipped immediately, when light is seen.
The process can be terminated automatically by means of the photocell (Extra equipment. Code word TENOF) which is mounted on the polishing cell and will break the current and activate a buzzer.

As soon as the polishing is finished the specimen holder must be drawn out and opened in a small bath of e.g. methanol, ethanol or destilled water, kept ready close to the cell. From this the specimen is transferred to a bath of e.g. methanol or ethanol by means of a pair og tweezers. It may then be laid on a piece of filter paper, where it dries in a couple of seconds and is ready for examination or storing.

Ferromagnetic materials may cause blurred pictures by distorting the electron beam, if they are present in appreciable quantities and are not symmetrically arrenged with respect to the beam.
In order to secure sharp images, it is necessary either to arrange the specimen symmetrically or to place only very small amounts of ferromagnetic material on the specimen holder of the electron microscope.
The first condition demands, that the edge of the specimen is of uniform thickness and that the hole is at the center.
The second condition can be fulfilled by using the following procedure.

If the specimen, prior to the final thinning, is prethinned to a small thickness (below 0,1 mm) the mass of the finished specimen will be small. If sufficiently small masses are not achieved in this way, it will be necessary to carry on the thinning to perforation in the 10 mm specimen holder in the normal way. From the extremely thin foil obtained a small piece may be cut with a sharp knife, for introducing into the electron microscope on a grid.
Thinned specimens may be kept under vacuum in a dissicator with silica gel. In most cases they can also be kept in glycerol, which will protect them against the action of the atmosphere.

2.26 Photocell. (Directions for use)

To get full advantage of the photocell device, i.e. to enable it to stop the polishing while the hole in the specimen is small, a knob for adjusting the sensitivity is provided. By means of this the maximum sensitivity possible under the prevailing conditions can be set. These may change from polishing to polishing, because stray light or a rise in temperature may increase the dark current of the photocell so much that the limit is reached, where the photocell device responds and interrupts the polishing process.
The photocell is very sensitive and it is recommended not to place the TENUPOL in direct sunlight.
The procedure is as follows:
The specimen is inserted and the apparatus is prepared for thinning in the normal way, but the D.C. source is not connected. The knob on the photocell housing is turned anti-clockwise as far as it will go. Then the two switches on the motor housing are closed, and after about two seconds the red lamp lights up. After two seconds more the photocell circuit is automatically switched on.
Then the knob is turned clockwise slowly until the sensitivity is so high, that the photocell device just responds to the dark current alone and the alarm is heard. Then the knob is turned one scale division back again, and the device will now be set for the maximum sensitivity possible for the subsequent thinning operation. The D.C. source is now connected and the thinning procedure is started as usual. When the alarm is heard, the motor and the polishing current will automatically be switched off and the specimen must be removed quickly for rinsing.
The pump motor must be set at so high a speed, that the electrolyte rises well above the specimen. If not, the light beam may be refracted so that it does not reach the photocell.
If the polishing chamber is cooled to a very low temperature, ice may form on the windows. This must be wiped off from time to time, e.g. with alcohol, so that the light is not diffused.

3.1 ELECTROLYTES for LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL and TENUPOL

A-2 Steel, Stainless Steels, Aluminium and Al-Alloys, Nickel, "Nimonic" Tin, (Beryllium, Titanium, Zirconium, Uranium).
All-round Electrolyte for LECTROPOL and MOVIPOL.

A-3 Molybdenum, Titanium, Zirconium, Vanadium.
LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL.

A-5 Uranium, Lead, Lead-Tin, Lead-Tin-Antimony-Alloys
LECTROPOL, MOVIPOL. All-round Electrolyte for ELYTOPOL

A-6 Steel, Aluminium and Al-Alloys, Cobalt and Co-Alloys.
LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL.

A-7 Aluminium and Al-Alloys, Stainless Steel.
Specially Suited for TENUPOL.

A-8 Iron, Stainless Steel, Nickel, Cobalt, Zirconium.
LECTROPOL. All-round Electrolyte for TENUPOL.

AC-2 Cast Iron, Magnesium, Mg-Alloys, "Nimonic", Nickel, Low Carbon Steel, Stainless Steels, Beryllium.
LECTROPOL, MOVIPOL.

B-1 Germanium.
LECTROPOL, MOVIPOL.

C-1 Zinc, Zinc-Alloys, Magnesium, Mg -Alloys.
LECTROPOL, MOVIPOL.

D-2 Copper, Copper-Alloys, Brasses.
LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL, TENUPOL.

E-2 Copper-Alloys, Bronzes, Brasses.
LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL.

E-5 Steel with Disturbing Impurities, Low Carbon Steel, Examination of Inclusions, (Cast Iron), Bronzes, Brasses.
LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL.

F-1 Tungsten.
LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL.

3.2. Perchloric Acid Hazard?

It cannot be pointed out too strongly that all Struers-electrolytes can be used without any danger.
We have a very thorough examination of the possibilities of explosions and have ascertained, by practical experiments, that no element of risk is at hand as long as our electrolytes are used. Where used at all, the perchloric acid is used together with safe compounds and in so low concentrations, that no dangerous reactions are possible.

3.3. Deterioration of Electrolytes.

The quality of certain electrolytes deteriorates during lengthy storage. This applies especially to A-2 which, when the components have been mixed, has a useful life of no more than 2-3 months.
For this reason the two components are normally supplied separately so that they may be mixed directly before use. In mixed state the A-5 will keep for about half a year. The other electrolytes have a useful life of half a year or perhaps a little more. IT SHOULD BE NOTED, HOWEVER, THAT THE USE OF THE ELECTROLYTE IS THE MOST IMPORTANT CAUSE OF DETERIORATION. All electrolytes must be replaced when they contain an excessive amount of metal ions.

4. Thinning Examples.

4.1. Thinning in the 10 mm specimen holder.

Material	Electrolyte	Temperature	Flowrate	A	V	App. time for removing 0,1 mm in seconds
Aluminium	A-7	-5			12	
Copper	D-2	15	6-7	1,8	28	140
Brass	D-2	15	6-7	1,2	20	150
Phosphor-bronze	D-2	15	6-7	1,6	28	160
Nickel	A-8	15		0,9	115	190
Stainless Steel	A-8	15		0,8	110	220
Carbon Steel	A-8	15	5-7	0,9	115	170
Iron	A-8	15			110	
Zirconium	A-8	15	5-7	0,7	70	140

4.2. Thinning in the 3 mm specimen holder.

Material	Electrolyte	Temperature	Flowrate	A	V	App. time for removing 0,1 mm in seconds
Aluminium	A-7	-5		0,12	12	45
Copper	D-2	15	4	0,3	15	50
Brass	D-2	15	4	0,10	8	70
Phosphor-bronze	D-2	15	4		12	
Nickel	A-8	13	slow	0,13	70	60
Stainless Steel	A-8	13	very slow	0,13	70	75
Carbon steel	A-8	13	slow	0,16	80	50
Iron	A-8	13				
Zirconium	A-8	13	slow	0,05	30	120

5. Polishing defects.

If a sufficiently high quality is not obtained in electrolytic polishing it will be necessary to alter the polishing conditions. Five important degrees of freedom are available:

a. the electrolyte,
b. the flowrate of the electrolyte,
c. the temperature,
d. the electrical conditions and
e. the geometrical conditions.

In the TENUPOL the geometrical conditions are fixed and can only be altered by changing or altering certain components.
As to the other degrees of freedom the following will apply:

a. The chemical composition of the electrolyte is highly important for the quality of the polishing. An unsuitable electrolyte will cause inferior polishing, oxidized or etched surface, pittings or one-sided polishing, i.e. only one side of the specimen is polished, the other is black and oxidized. It is not at all certain, that an electrolyte, which in other apparatus, (e.g. the LECTROPOL) will polish a certain material, will also be suitable for thinning it on the TENUPOL. A-2, for inst. is not suitable for use with TENUPOL.
In the litterature numerous examples are cited of electrolytes suitable for thinning. (See e.g. I.S. Brammer and M.A.P. Dewey: Specimen preparation for Electron Metallography. Blackwell Scientific Publications, Oxford 1966).

b. The flowrate determines first of all whether a viscous anodic layer can be maintained during polishing. Jet polishing tends to remove the layer. The proper choice of flowrate is therefore mostly determined by the material to be polished and on the electrolyte. The best flowrate differs much from case to case and it is not possible to give general rules.

c. In some cases a lower temperature will give better results. A lower temperature slows down the polishing and provides less etching and oxidation.

d. The electrical conditions of course determine whether a polishing is at all obtained. The right conditions will only be present within a certain range of current densities. If a current versus voltage curve is drawn the best polishing conditions will be found where the current is approximately constant within a range of voltages. Moreover, some workers have found, that a better polish is obtained on some materials, if towards the end of the process the current is applied as a series of chocks.

In TENUPOL polishing, the polishing defects may be divided in the following classes:

1. Defective polishing, i.e. wrong polishing conditions, so that a mirror-like finish is absent on one or both sides of the specimen. Pitting may be present.

2. Polishing takes place, but no thin area is present at the edge of the hole.

Re 1: Try to alter the electrical conditions. Perhaps the voltage was too low to reach the polishing range. Pittings may arise if the current was too high. A lowering of the temperature may make the polishing less sensitive to voltage changes. The flowrate should be altered. A too high flowrate may break up the polishing film, which may be the cause of one side of the specimen not being polished. A slower flow may allow a polishing film to be built up.
If nothing helps it can be concluded, that the material in question cannot be polished by the electrolyte and another electrolyte should be tried.

Re 2: The hole may have grown too large, so that the thin foil first formed has disappeared. Just like electropolishing will attack the tops of the asperities of the surface, it will attack the edge of the hole as being an asperity. Especially when the jet effect is strong it is very important to stop the process while the hole is small.
Adjustment of the flowrate may be helpful. A vigorous jet may attack a too small area. Another electrical current density should also be tried.
Sometimes a lower temperature will give a better profile around the hole, possible on account of a change of viscosity.
If nothing helps it is probable, that the electrolyte is not suitable for thinning the material in question, although it will electropolish it.
Try another electrolyte.

6. Cleaning and maintenance.

Residuals of the electrolyte used previously may spoil the following polishing. Therefore it pays to rinse the polishing cell and pump well before filling in a new electrolyte. This may be done as follows:
The electrolyte tank is filled with water and this is pumped through the system in the usual way. After this rinsing the pump and polishing cell should be allowed to drip off, in order, that the electrolyte is not diluted by water. If copper or copper alloys have been thinned, some copper may have deposited on the cathodes. This may be removed with a few drops of nitric acid before the rinsing.

The TENUPOL should not be left filled with electrolyte for an unnecessarily long time, as the submerged parts may be attacked somewhat.
Especially A-8 will shorten the life of the metal parts.
Never turn the apparatus upside down, especially not when there is electrolyte in the pump, as this may trickle from the pump up to the motor and cause the axle to stick. Take care, that the motor housing does not come in contact with the electrolyte. The apparatus may be cleaned on the outside with a cloth moistened with methanol or alcohol.
During the guarantee period any repair must only be performed by Struers or Struers' dealers. Also after the expiration of the guarantee period it is recommended to let Struers or Struers' dealers or other competent personnel take care of repairs.

SPARE PARTS LIST

Apparatus: TENUPOL

See drawing: No. 255-M-176 and fig. 4.

Pos.No.	Description	Spare Part No.
1	Polishing chamber complete	255 MP 1
2	Glass window	255 MP 2
3	Inlet tube	255 MP 3
4	Outlet tube	255 MP 4
5	Nozzle-unit, complete 1 mm dia.	255 MP 5
6	Nozzle-unit, complete 2,5mm dia.	255 MP 6
7	Magnifier	255 MP 7
8	O-ring, 32/26 dia.	255 MP 8
9	O-ring, 76,36/71,42 dia.	255 MP 9
10	Thumb screw for lamp housing	255 MP 10
	Thumb screws for photocell	255 MP 11
12	Contact spring	255 MP 12
13	Spring for bulb	255 MP 13
45	Bulb 3,5 V	255 MP 45
14	Sample-holder, complete, 3mm	255 MP 14
15	Sample-holder, complete, 10mm	255 MP 15
16	Cooling coil complete	255 MP 16
17	Holder for cooling coil	255 MP 17
	Pump housing (before no.255125)	255 MP 18
20	Impeller	255 MP 20
21	Roll for impeller	255 MP 21
22	Pump shaft	255 MP 22
	Pump cover with screws (before no. 255125)	255 MP 23
24	Coupling	255 MP 24
25	Pump holder	255 MP 25
	Elbow pipe	255 MP 26
	Stopper	255 MP 27
28	Y-tube	255 MP 28
29	P.V.C. tubing	255 MP 29
30	P.V.C. tubing	255 MP 30

Pos. No.	Description	Spare Part No.
31.	Motor	255 MP 31
32.	Transformer	255 MP 32
33.	Noise filter	255 MP 33
34.	Switch	255 MP 34
35.	Lamp red	255 MP 35
36.	Lamp green	255 MP 36
37.	Fuse	255 MP 37
	Printed board for motor	255 MP 38
39.	Printed board for photocell	255 MP 39
40.	Short circuiting board	255 MP 40
	Connector, female	255 MP 41
	Connector for connection to LECTROPOL	255 MP 46
47.	Screw for lamping housing (new type)	255 MP 47
48.	O-ring 29/23 dia.	255 MP 48
49.	Oil packing	255 MP 49
	Spring for platinum contact foil	255 MP 50
51.	Lock ring	255 MP 51
52.	Pump cover (from no.255125)	255 MP 52
53.	Hose clamp	255 MP 53
54.	Pump housing with pipe (from no.255125)	255 MP 54
	Extension Kit	255 MP 55

TENUPOL-2

Setting the minimum speed of the pump.

Upon delivery TENUPOL-2 is adjusted for correct minimum flow, when the apparatus is to be used at 50 Hz for 220 V or 60 Hz for 110/115 V.

In other cases (for inst. 110 V, 50 Hz or 220 V 60 Hz) the minimum speed must be adjusted on the printed circuit board inside the electronic-unit. The flow knob is set on 1, the specimen-holder is removed from the cell, the sensitivity of the photo-cell is set on minimum (turned to the left) and the apparatus is started. When the lamp for "THINNING" is lit, adjust the potentiometer on the print until the liquid is just running into the cell.

Einstellung der Minimumgeschwindigkeit der Pumpe.

TENUPOL-2 ist bei der Lieferung für korrekte Minimumströmung justiert, falls das Gerät bei 50 Hz für 220 V oder bei 60 Hz für 110/115 V verwendet wird.

In anderen Fällen (z.B. 110 V, 50 Hz oder 220 V, 60 Hz) muss die Minimumgeschwindigkeit auf der gedruckten Schaltung innen in der Elektronikeinheit justiert werden. Den Strömungsknopf auf 1 einstellen, den Probenhalter von der Zelle entfernen, die Empfindlichkeit der Photozelle auf Minimum einstellen (nach links drehen) und das Gerät starten. Wenn die Lampe für "THINNING" leuchtet, das Potentiometer auf der gedruckten Schaltung justieren, bis die Flüssigkeit gerade in die Zelle läuft.

Reglage de la vitesse minimum de la pompe.

A la livraison la TENUPOL-2 est réglée à un débit minimum correct si l'appareil doit être utilisé à 50 Hz/220 V or 60 Hz 110/115 V.

Dans d'autres cas (par exemple 110 V, 50 Hz ou 220 V 60 Hz) la vitesse minimum doit être réglée sur le circuit imprimé à l'intérieur de l'unité électronique. Le bouton du débit est mis sur 1, le porte-échantillons est sorti de la cellule, la sensitivité de la cellule photo-électrique est baissée tout à fait (tourné à gauche) et l'appareil est mis en marche. Quand la lampe pour "THINNING" est allumée, le potentiomètre sur le circuit imprimé est réglé jusqu'à ce que le liquide coule tout justement dans la cellule.

STRUERS K/S
Valhøjs Allé 176
DK-2610 Rødovre/Copenhagen
Denmark

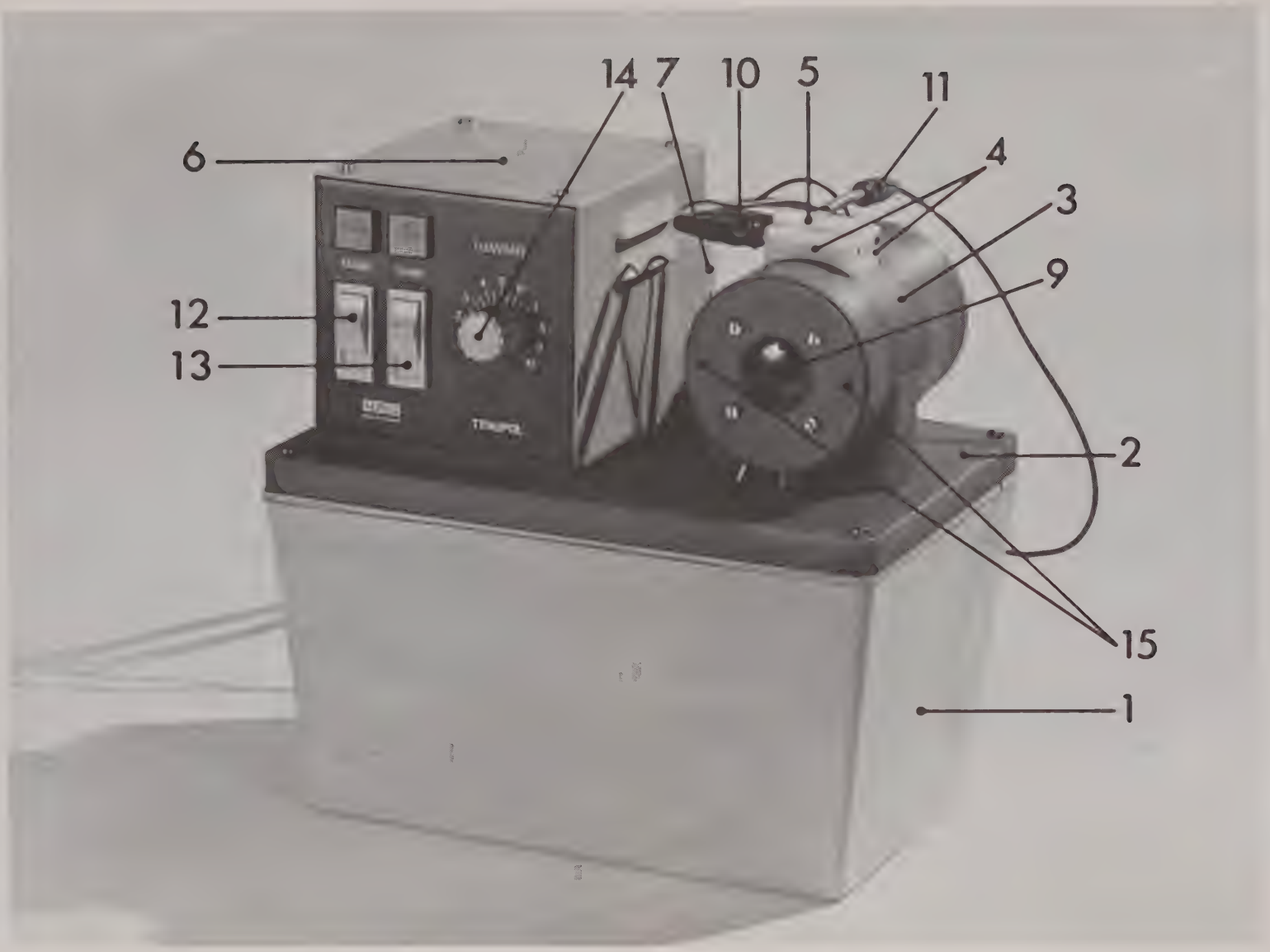


Fig. 1

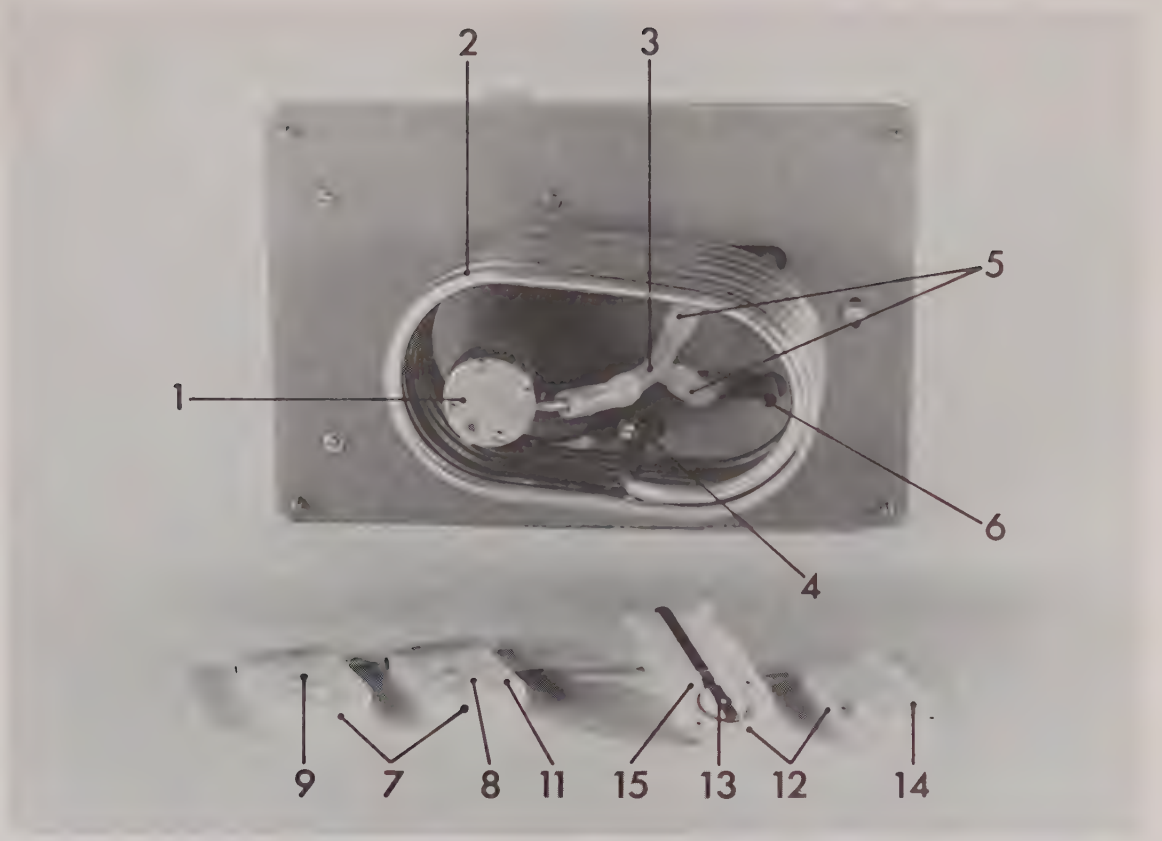


Fig. 2

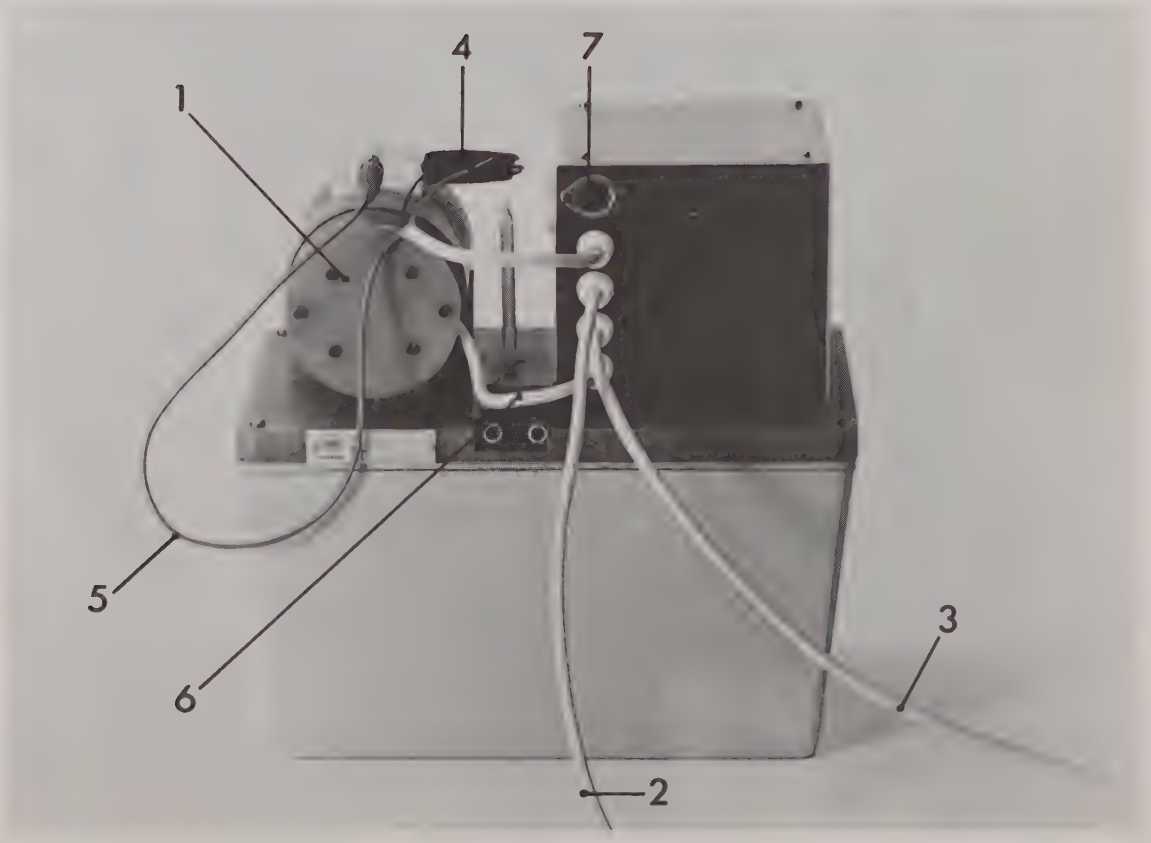
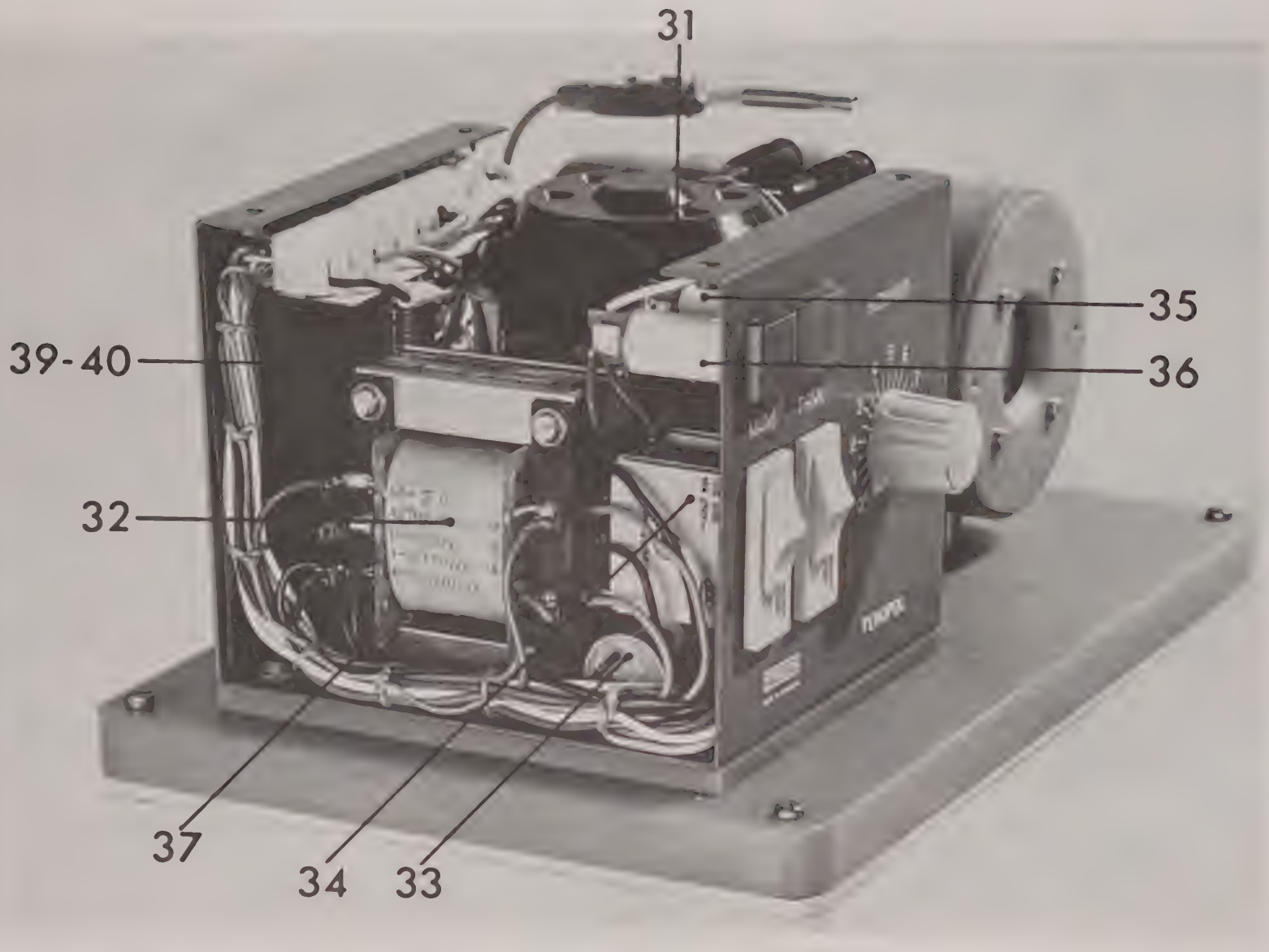
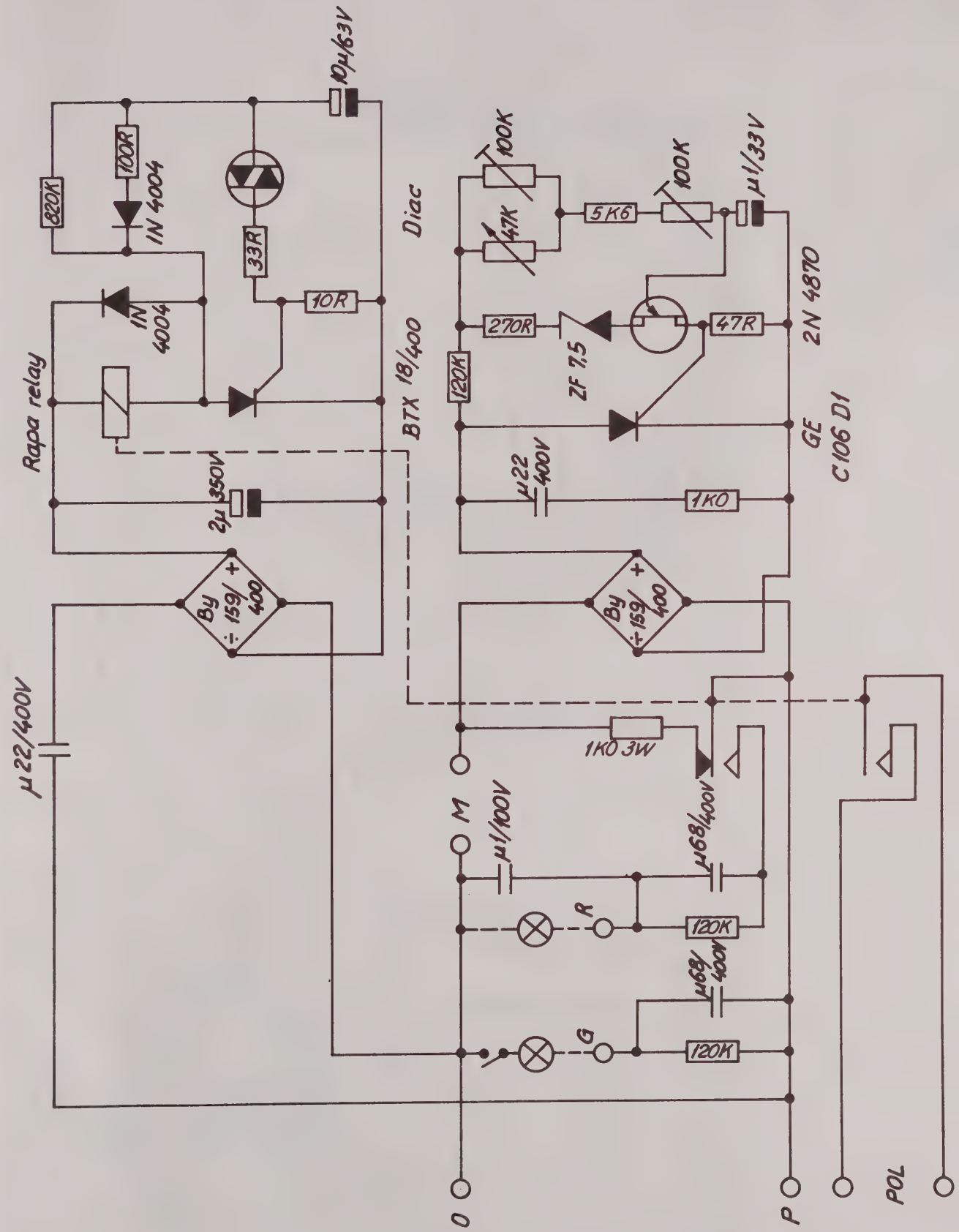


Fig. 3

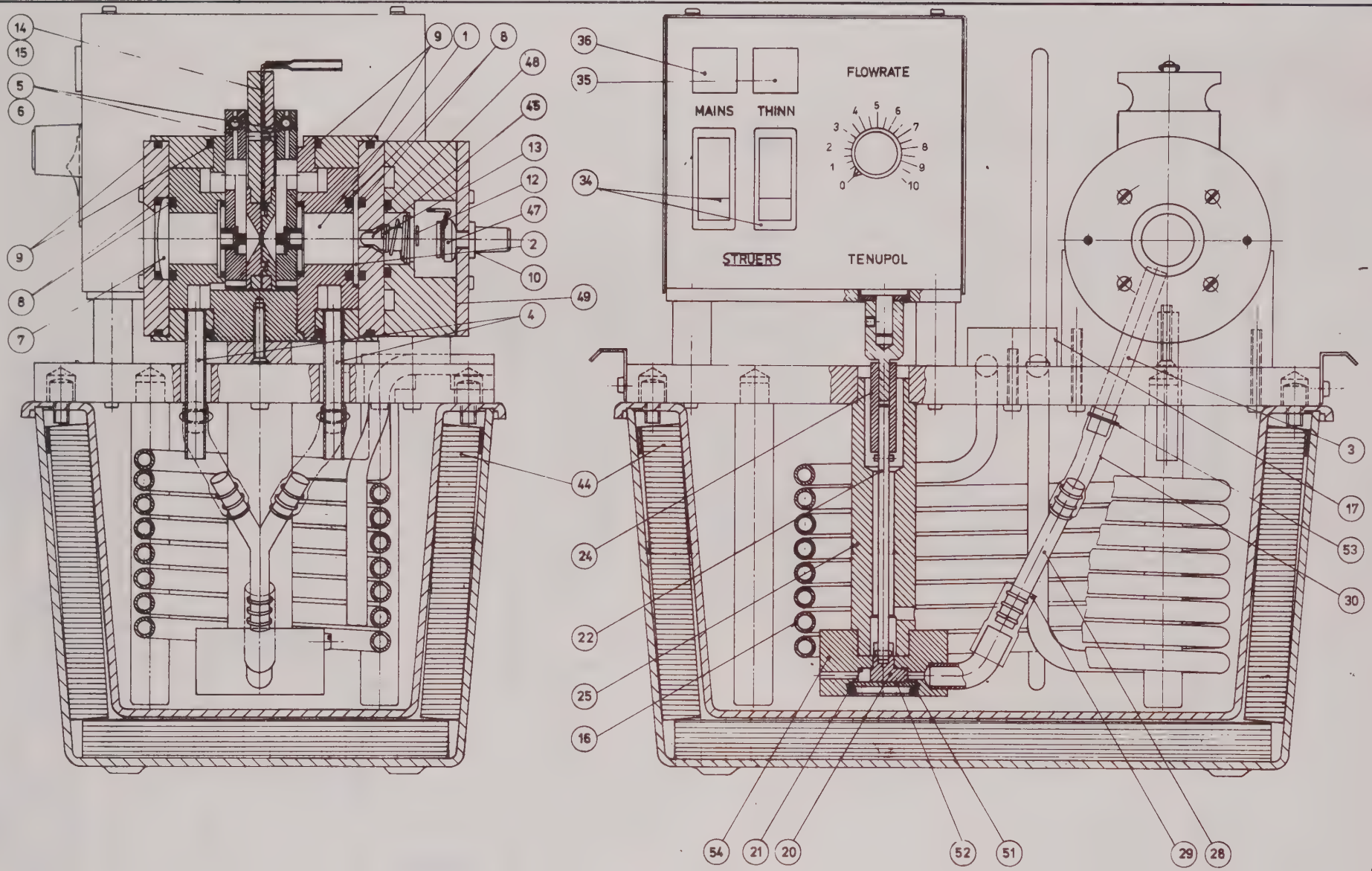


TENUPOL

Fig. 4



Matr.:				
STRUERS KØBENHAVN AARHUS ODENSE		Målestok	Tegn.	
			Dato	1.6.71
TENUPOL Regulation Print Diagram		255 - M - 164		



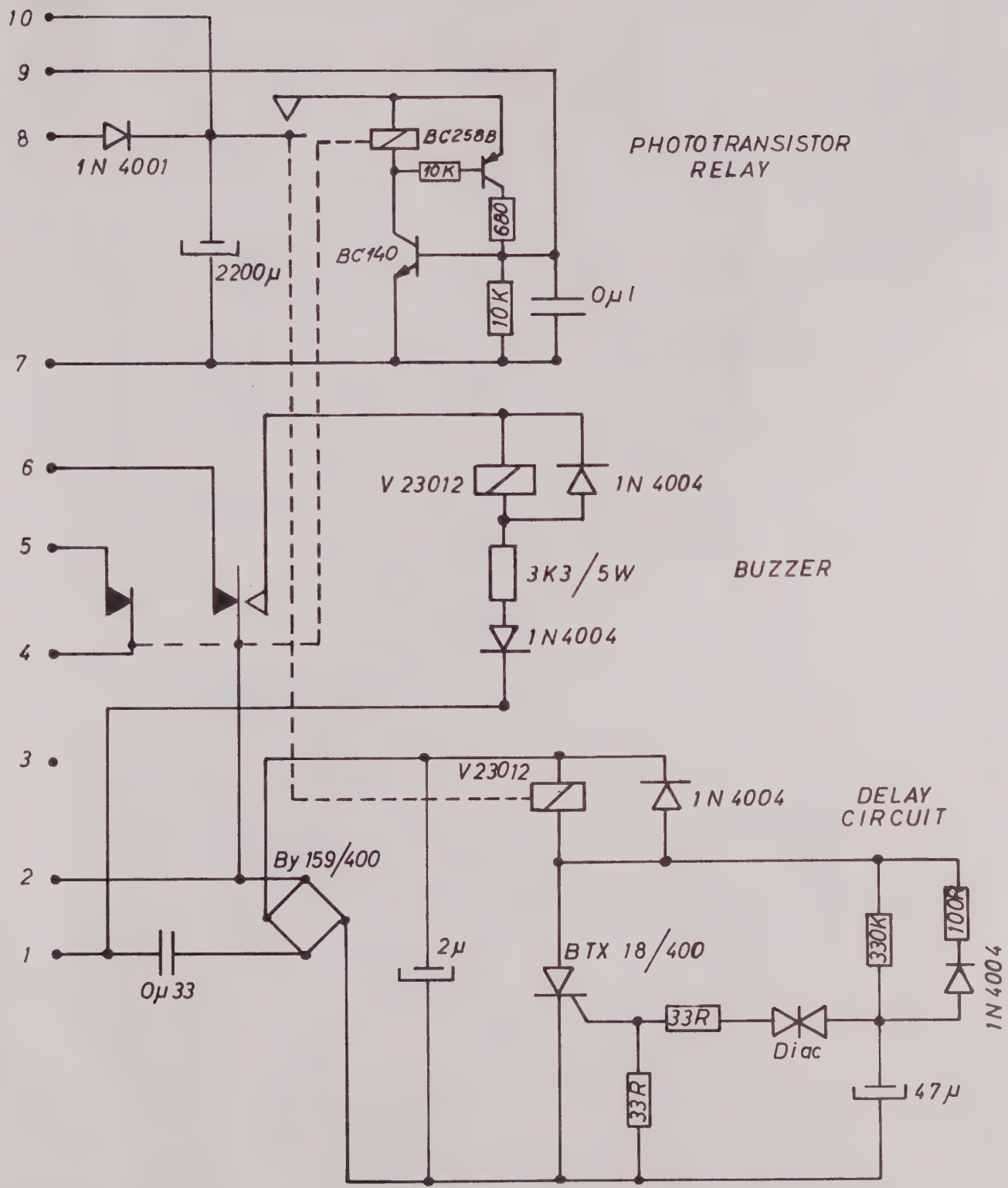
Mate :

STRUERS KØBENHAVN AARHUS ODENSE

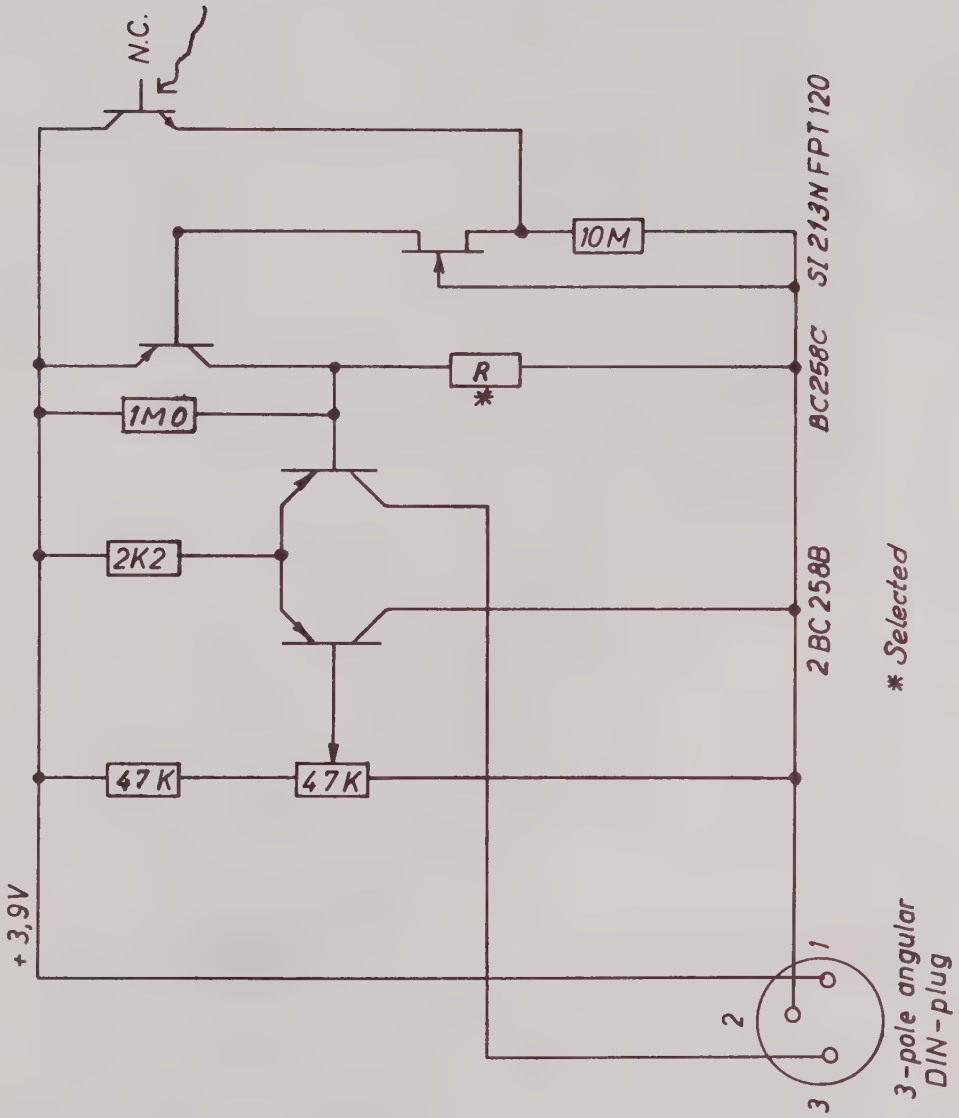
Målestok 1:1 | Tegn. Dato ODBS 15.6.71

TENUPOL

255-M-176



Matr.:			
STRUERS KØBENHAVN AARHUS ODENSE		Målestok ~	Tegn. V. H./Not. Dato 13.12.72
Erstatter 255-M-166 d.13.12.72 v H	TENUPOL Diagram of Phototransistor-Relay Print		255 - M - 179



Matr.:

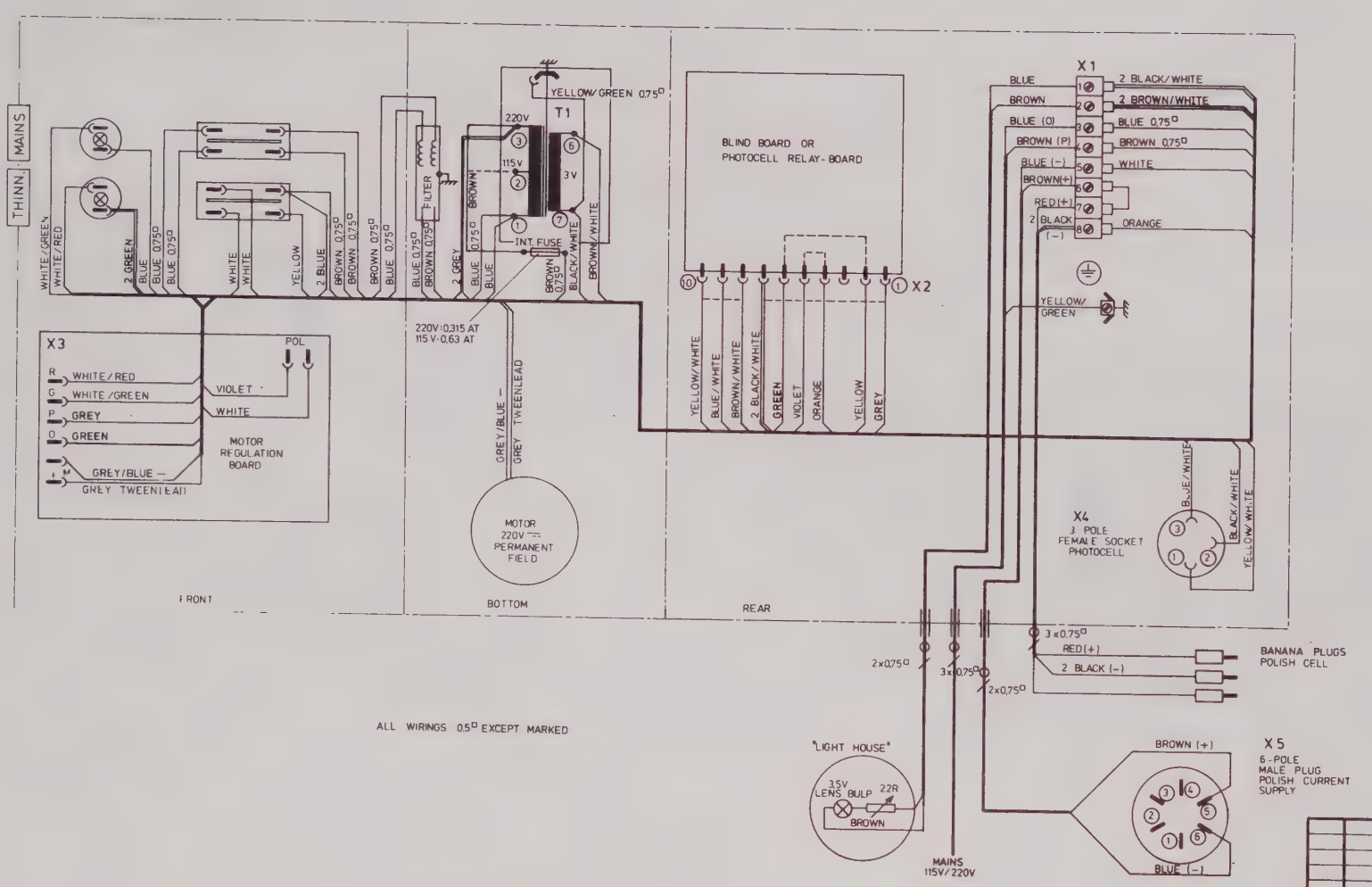
STRUERS KØBENHAVN AARHUS ODENSE

Målestok ~ | Tegn. Not. | Dato 13. 12. 72

TENUPOL
Diagram of Phototransistor Print 205-P-79

255 - M - 180

Erstatter 255-M-175 d.13.12.72 v. H



255-M-196

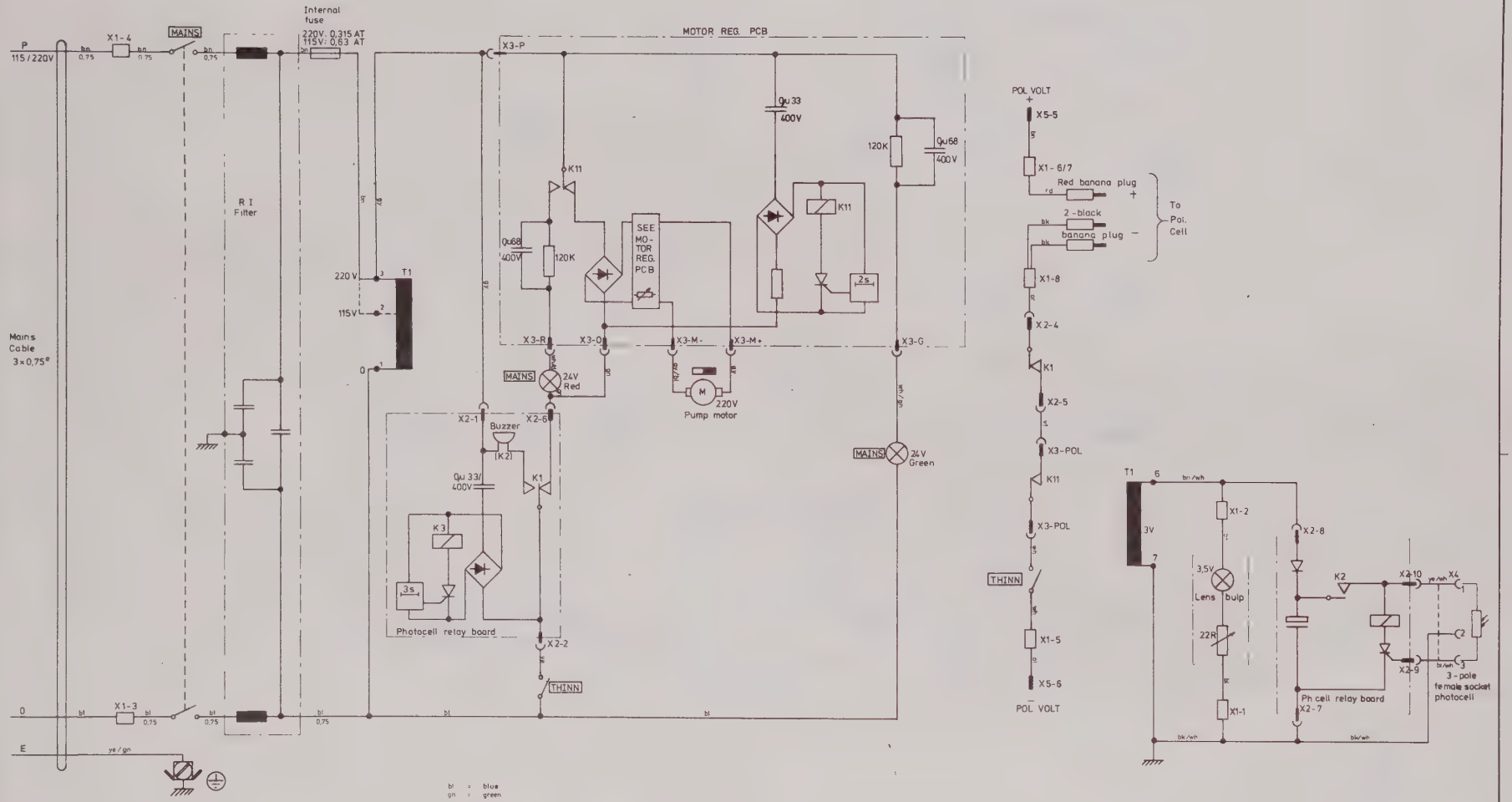
Foto

STRUERS K/S

TENUPOL
WIRING DIAGRAM

Tegn. ML/6 M
Dato 15-07-80
Erstatter 255-M-165

255-M-196



bl = blue
gn = green
ye = yellow
br = brown
wh = white
bk = black
vi = violet
or = orange
rd = red
gy = grey

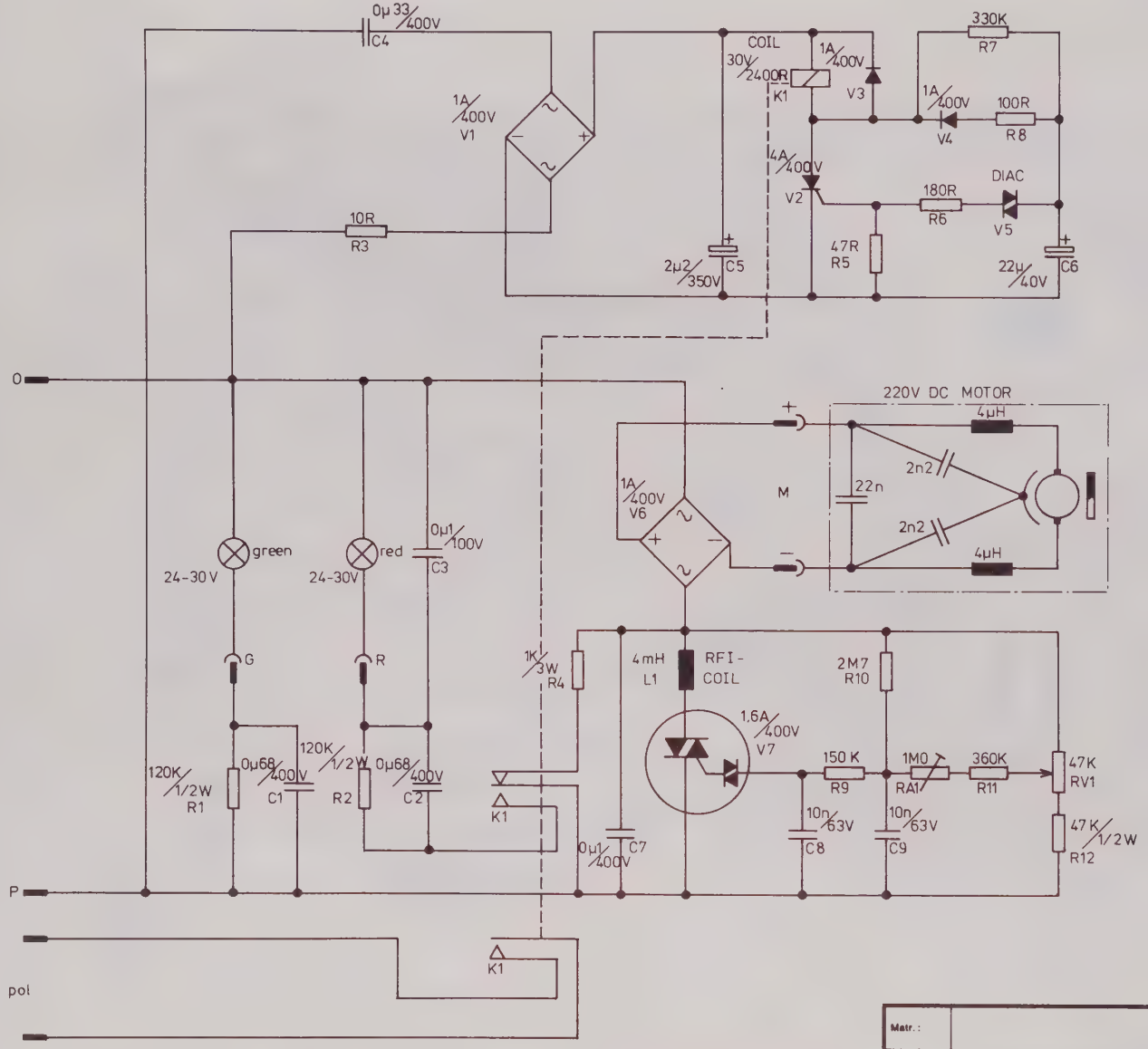
All wiring 0,5² except marked otherwise.

255-M-197

STRUERS K/S

Tenopol, Main circuit diagram

255-M-197



16/7-80 ML/BH	330K → 150K ; 430K → 330K ; 1N5 → 2N7

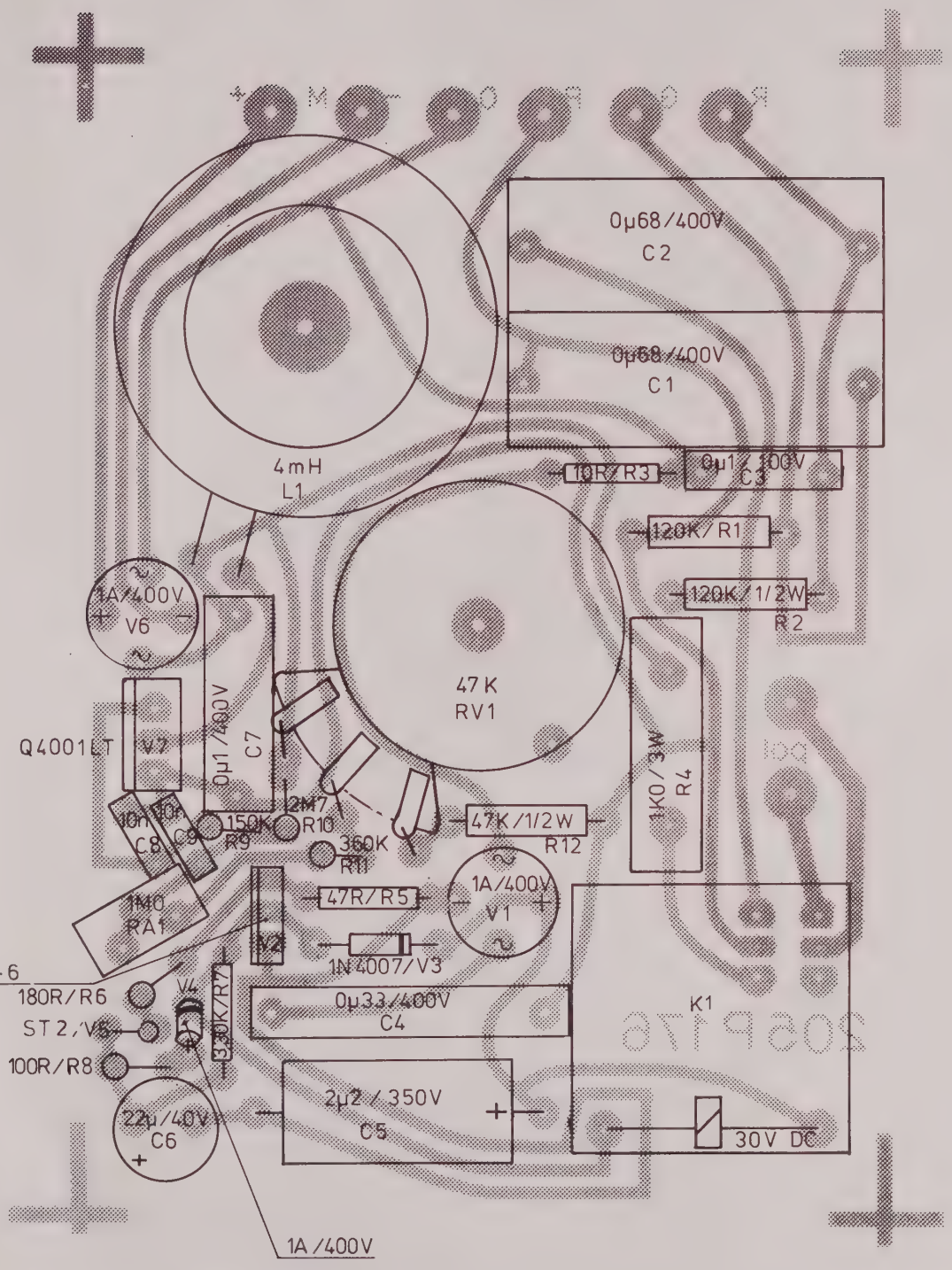
Matr.: FOTO

STRUERS K/S

PRINTED CIRCUIT DIAGRAM
MOTOR REGULATION

Målestok:	
Tegn.	ML
Dato	04-07-79
Erstatter:	255-M-181

255 - M - 327



For equipm. from no. 255526

300K → 150K; 430K → 330K; 1M5 → 2M7 16/7-80 ML/	Matr		
	STRUERS K/S	Målestok:	Tegn. ML/ Dato 04-07-79
	Anvendes i type:		Erstatter:
	COMPONENT ILLUSTRATION		255 - M - 330

INDEX

1. Beschreibung des Gerätes und seiner Wirkungsweise.....1

1.1. TENUPOL.....1
1.2. Gleichrichteraggregat.....3
1.3. Extrazubehör.....3

2. Anweisungen für den Anschluss und Gebrauch.....5

2.1. Anschluss.....5
2.2. Gebrauchsanweisung.....5
2.2.1. Vorbereitung der Probe.....5
2.2.2. Dünnung, Allgemeines.....6
2.2.3. Vordünnung.....6
2.2.4. Elektrolytisches Ausschneiden.....7
2.2.5. Abschliessende Dünnung.....7
2.2.6. Fotozelle.....8

3. Elektrolyte.....9

3.1 Schema über Elektrolyte.....9
3.2. Gefahren der Perchlorsäure?.....10
3.3. Haltbarkeit der Elektrolyte.....10

4. Dünnungsbeispiele.....11

4.1. Dünnung im 10-mm-Probenhalter.....11
4.2. Dünnung im 3-mm-Probenhalter.....12

5. Polierfehler.....13

6. Reinigung und Wartung.....14

7. Ersatzteile

1. Beschreibung des Gerätes und seiner Wirkungsweise

1.1. TENUPOL

Das Gerät setzt sich aus folgenden Hauptbestandteilen zusammen:

(Abb. 1.1.) Isolierter Behälter
(Abb. 1.2.) Grundplatte mit Pumpe und Kühlspirale
(Abb. 1.3.) Polierzelle
(Abb. 1.4.) Düseneinheiten (2 Stück)
(Abb. 1.5.) Probenhalter
(Abb. 1.6.) Gehäuse für Pumpenmotor u.a.
(Abb. 1.7.) Thermometer +20/-50° C

Beschreibung der einzelnen Bestandteile:

(Abb. 1.1.) Isolierter Behälter aus säurefestem PVC.

(Abb. 1.2.) Grundplatte mit Pumpe und Kühlspirale

Die Grundplatte ist aus säurefestem PVC hergestellt und dient als Träger der Elektrolytpumpe (Abb. 2.1.) und der Kühlspirale (Abb. 2.2.). Die Elektrolytpumpe (Abb. 2.1.) ist aus säurefestem, nichtrostendem Stahl hergestellt. Sie ist als eine Druckpumpe ausgeführt und fördert den Elektrolyt durch ein Abzweigrohr (Abb. 2.3.) in die beiden Polierkammern der Polierzelle.

Die Kühlspirale (Abb. 2.2.) ist aus säurefestem, nichtrostendem Stahl hergestellt. Durch die Kühlspirale wird, wenn man bei Temperaturen bis ca. 15°C arbeiten will, kaltes Wasser (vom Wasserhahn) geleitet, während zur Erzielung von Temperaturen unter ca. 15°C eine abgekühlte Flüssigkeit durch die Kühlspirale geleitet werden muss. TENUPOL ist zur Kühlung bis zu ca. -50°C gebaut (das Kühlmittel muss dann -70°C haben). In das Loch (Abb. 2.4.) wird ein Thermometer (Abb. 1.7.) gesteckt.

Auf der Grundplatte befindet sich das Gehäuse (Abb. 1.6.) mit dem Motor und den elektrischen Komponenten.

(Abb. 1.3.) Polierzelle

Die Polierzelle (Abb. 1.3.) ist aus säurefestem PVC hergestellt. Sie besteht aus 3 Kammern, die durch die auswechselbaren Düseneinheiten (Abb. 1.4.) voneinander abgegrenzt werden. Am hinteren Ende befindet sich ein Glasfenster, durch welches das Licht einer Lampe (Abb. 3.1.) gesendet wird. Die Lampe ist mit einer 3,7 Volt 1 Watt Spotlight-Glühbirne versehen, die von einem Transformator gespeist wird. Durch eine Lupe (Abb. 1.9) am vorderen Ende der Polierzelle kann die Probe beobachtet werden. Die Vergrösserung beträgt ca. 2x. Vor die Lupe (Abb. 1.9) kann mittels der beiden Gewinde (Abb. 1.15) die Fotozelle (siehe 1.3.) montiert werden. Der Elektrolyt wird durch die Rohre (Abb. 2.5) in die beiden Polierkammern gepumpt und durch die Düsen der beiden Düseneinheiten (Abb. 1.4.) gepresst, wonach er in die mittlere Kammer steigt, in der sich der Probenhalter (Abb. 1.5.) befindet. Durch einen Uberlauf und die Rohre (Abb. 2.6.) läuft er in das Elektrolytgefäss zurück.

(Abb. 2.6.) in das Elektrolytgefäss zurückläuft.

(Abb. 1.4.) und (Abb. 2.7.) Düseneinheit

Die beiden Düseneinheiten bestehen aus Polyäthylen, nur die Düse selbst (Abb. 2.8.) aus Teflon. Die Standarddüse hat eine Bohrung von 1 mm, als Extrazubehör können aber auch Düseneinheiten mit Düsen mit 2,5 mm Bohrung (siehe 1.3.) geliefert werden.

Um die Düse ist ein Platindraht (Katode) (Abb. 2.9.) gewickelt, der mit einer Steckbuchse in Verbindung steht. Nach Einsetzen der Düseneinheit in die Polierzelle, wird ein Bananenstecker (Abb. 2.10.) in die Steckbuchse gesteckt. Dieser Bananenstecker steht über das Gehäuse (Abb. 1.6.) mit dem Minuspol eines Gleichrichters oder einer anderen Gleichstromquelle in Verbindung. Die Befestigung der Düseneinheit erfolgt durch Eindrücken des Wulstes (Abb. 2.11.) in eine entsprechende Vertiefung der Polierzelle (siehe Abschn. 2.2.2., "Dünnung, Allgemeines").

(Abb. 1.5.) und (Abb. 2.12.) Probenhalter

Der Standardprobenhalter ist zum Dünnen von Proben mit einem Aussendurchmesser von 3 mm (oder 2,3 mm) und einer maximalen Dicke von o,5 mm bestimmt. Die Probe wird in die Platinführung (Abb. 2.13.) eingesetzt, die über eine Schiene aus nichtrostendem Stahl und eine Buchse mit einem Bananstecker (Abb. 1.11.) in Verbindung steht, der mit dem Pluspol des Gleichrichters verbunden wird. Die zwei Hälften des Probenhalters werden durch Zusammendrücken geschlossen.

Als Extrazubehör ist ein Probenhalter mit 10 mm Ø Öffnung (siehe 1.3.) lieferbar.

(Abb. 1.6.) Gehäuse für Pumpenmotor u.a.

Das Gehäuse enthält Pumpenmotor, Thyristorsteuerung für Pumpenmotor, Tranformator 220V/110V/3V (zur Versorgung des Motors, der Lampe und der Fotozelle), Netzgeräuschfilter, Fassung für gedruckte Schaltung für Fotozellenelektronik, Sicherung (siehe unten) etc.

An der Frontplatte des Gehäuses befinden sich ein Netzschalter (Abb. 1.12.) mit Anzeigelampe, ein Schalter für Polierstrom und Pumpe (Abb. 1.13) mit Anzeigelampe und ein Drehknopf (Abb. 1.14) zur Regelung der Geschwindigkeit des Pumpenmotors. Die Regelung erfolgt durch eine Thyristorsteuerung (gedruckte Schaltung), und die Skala gibt Variationen der Geschwindigkeit an von niedrig (0) bis hoch (10). Wenn sich beim Regeln des Pumpenmotors Schwierigkeiten ergeben, kann der Motor mittels zweier Potentiometer justiert werden. Diese befinden sich auf der Schaltplatte im Gehäuse in der Nähe der Polierzelle. Das oberste Potentiometer dient zur Feineinstellung. Wenn mittels Schalter (Abb. 1.13) eingeschaltet wird, läuft der Pumpemotor erst 2 Sekunden mit relativ hoher Geschwindigkeit, damit die Polierkammern mit Elektrolyt gefüllt werden. Danach stellt sich die Pumpenleistung automatisch nach der Einstellung des Drehknopfes ein (Abb. 1.14.) Die Anzeigelampe leuchtet nach 2 Sekunden auf zum Zeichen, dass der Polierstromkreis geschlossen ist. Von der Rückseite des Gehäuses gehen ein Netzanschlusskabel (Abb. 3.2), ein bel für den Gleichrichter (Abb. 3.3.) mit Stecker für den POLIPOWER-, LECTROPOL oder MOVIPOL- Gleichrichter (siehe ferner Abschn. 2.1) 2 Kabel mit schwarzen Bananstecker (Abb. 3.4.) für die Düseneinheiten, ein Kabel mit rotem Bananstecker (Abb. 3.5. für den Probenhalter und ein Kabel für die Lampe (Abb. 3.6.) aus. Ausserdem befindet sich dort ein Zwischenstecker (Abb. 3.7.) für den Anschluss der Fotozelle (Extrazubehör, Abschn. 1.3.)

Elekrische Spezifikationen

Netzspannung: 220 V/50 Hz oder 110 V/60 Hz. Das Gerät wird vom Werk aus für die auf dem Typenschild auf der Rückseite des Gehäuses angegebene Spannung geliefert. Da alle Geräte mit Transformator geliefert werden, ist zur Änderung der Spannung nur eine einfache Umlötung erforderlich.

Pumpenmotor: Universalmotor 220 V, max. 80 W

Lampe der Polierzelle: 3.7 V, 1 W

Sicherung: 0,5 A

ZU BEACHTEN: Die Sicherung sitzt innen im Gerät. Beim Auswechseln der Sicherung muss erst der Mantel des Gehäuses entfernt werden (4 Schrauben).

1.2 Gleichrichteraggregat

Für die TENUPOL Polierzelle soll ein gleichgerichteter Polierstrom ("Dünnungsstrom") von 0 bis 2,5 Amp., Spannung 0 - 100 V, verwendet werden.

Im Prinzip ist jeder geeignete Gleichrichter möglich. Wir empfehlen Struers POLIPOWER, auch die Schaltgeräte von Struers LECTROPOL (Kennwort LECOC) und MOVIPOL (Kennwort MOVPO) können verwendet werden.

1.3. Extrazubehör für TENUPOL

10-mm-Probenhalter

Anstelle des normalen Probenhalters für 3-mm$^{\varnothing}$-Proben (2,3 mm$^{\varnothing}$-Proben) kann ein Probenhalter für Proben von min. 12 mm$^{\varnothing}$ bis max. 23 mm$^{\varnothing}$ ohne weiteres eingesetzt werden (Kennwort TENHO). Die gedünnte Fläche hat einen Durchmesser von 10 mm.

Der 10 mm Probenhalter wird erstens zum Dünnen von Proben verwendet, aus denen man ein kleines Stück von weniger als 3 mm$^{\varnothing}$ (2,3 mm) ausschneiden will, zweitens zum Vordünnen von Proben, die später im 3 mm - Probenhalter (2,3 mm Probenhalter) gedünnt werden sollen und drittens zum elektrolytischen Ausschneiden von 3 mm$^{\varnothing}$, (2,3 mm$^{\varnothing}$) - Proben.

2,5 mm Düseneinheiten

Anstelle der gewöhnlichen 1-mm-Düsen können Düseneinheiten mit 2,5-mm Düsenweite ohne weiteres eingesetzt werden. (Kennwort TENAH). Die 2,5-mm Düsen werden beim Polieren von Oberflächen von 10 mm Durchmesser verwendet, und auch in Fällen, wo mit nahezu stillstehendem Elektrolyt gearbeitet wird.

Ausrüstung für "elektrolytisches Ausstanzen" von 3-mm$^{\varnothing}$-und 2,3 mm$^{\varnothing}$-Proben

Wenn ein Probestück bis zu einer Dicke von 0,1 - 0,5 mm abgeschliffen oder gedünnt worden ist, ist ein "Ausstanzen" erforderlich, damit es in den

3 mm Probenhalter (2,3 mm - Probenhalter) eingesetzt werden kann. Dies kann mittels einer normalen Stanze geschehen. Mit einer Spezialausrüstung (Kennwort TENKI) ist aber ein elektrolytisches Ausschneiden der Proben möglich, welches Deformationen in der Probe vermeidet.

2-5 Stück Spezialklebefolie werden auf das Probestück aufgeklebt, aus dem die Proben ausgeschnitten werden sollen. Danach wird das Probestück in den 10 mm Halter eingesetzt. Nach ca. 10-minutigem Polieren erhält man 1 - 4 Stück ausgeschnittene Proben mit einem Durchmesser von 3 mm (2,3 mm). Diese werden jetzt für die abschliessende Dünnung verwendet.

Fotozelle (Siehe auch Abschn. 2.2.6)

Zum automatischen Abstellen des Dünnungsvorgangs bei eintretender Lochbildung kann eine Fotozelle (Kennwort TENOF) vor die Lupe (Abb. 1.9.) der Polierzelle gesetzt werden. Im Gehäuse befinden sich bereits Vorrichtungen zur Aufnahme des elektrischen Teils der Fotozelle.

Die Fotozelle unterbricht die Pumpe und somit den Polierstrom und gibt ein Signal, sobald das kleinste Loch in der Probe entstanden ist.

Die komplette Fotozelle mit zugehörigen elektrischen Komponenten lässt sich leicht vom Benutzer des Gerätes anbauen.

Kühlanlage

Zum Polieren gewisser Materialien ist eine stärkere Kühlung nötig als dies mit Wasser in der Kühlspirale möglich ist. In einem solchen Fall ist ein Kühlaggregat anzuschliessen, das ein Kühlmittel durch die Spirale zirkulieren lässt. So werden mit einer geeigneten Kühlanlage Temperaturen bis -50°C erreicht. Struers liefert als Extrazubehör eine Anlage, z.B. Typ FK von Gebrüder Haake, die mit Kühlmittel von -15°C arbeitet. Mit dieser Anlage kann eine Elektrolyttemperatur unter -10°C erreicht werden.

2. Anweisungen für den Anschluss und den Gebrauch

2.1. Anschluss

Zuerst prüfen, ob die auf dem Typenschild auf der Rückseite des Gehäuses angegebene Spannung mit der Netzspannung übereinstimmt. Das Anschlusskabel mit einem Netzstecker versehen, so dass

die blaue Ader als stromführende Phase,
die schwarze Ader als Nullphase und
die gelb-grüne Ader als Erdphase geschaltet wird.

Wird als Gleichstromquelle ein Gerät verwendet, in das der Stecker des Polierstromkabels nicht passt, muss dieser ausgewechselt werden, wobei

die blaue Ader mit dem Pluspol und
die schwarze Ader mit dem Minuspol zu verbinden ist.

Die Kühlspirale wird auf Wunch über zwei Schläuche an einen Wasserhahn oder eine Kühlanlage angeschlossen.

Betr. Anbau der Fotozelle: siehe gesonderte Anleitung, die der Fotozelle beiliegt.

2.2. Gebrauchsanweisung

2.2.1. Vorbereitung der Probe

Mit der Vorbereitung wird man ein rundes Plättchen von 3 mm$^{\varnothing}$ (2,3 mm$^{\varnothing}$) und eine Dicke von 0,1 - 0,5 mm erreichen.

Hierzu kommen Methoden wie Funken-Bearbeitung oder mechanisches Drehen und Schneiden in Frage, aber auch mit TENUPOL selbst (siehe Punkt 2.2.3. und 2.2.4) ist es möglich. Dabei geht man von einer abgetrennten Scheibe mit einer Dicke von max. 1 mm und einem Durchmesser von max. 23 mm aus.

Diese Scheibe kann z.B. mit dem DISCOTOM Trennschneider wie folgt abgetrennt werden Ein Metalklotz mit planen Seiten wird 0,4 - 2 mm entfernt von der Trennscheibe als Anschlag angebracht. Eine Fläche des später zu dünnenden Metalls wird gegen den Metallklotz gespannt.Getrennt wird auf übliche Weise.Der Teil, der sich im Zwischenraum zwischen Trennscheibe und Metalklotz befindet wird als Scheibe abgetrennt. Der Metallklotz kühlt die Scheibe und verhindert gleichzeitig ein Verbiegen der Trennscheibe.Die abgetrennte Scheibe kann jetzt - z.B. auf KNUTH-ROTOR - mit SiC-Schleifpapir bis zur Körnung 600 geschliffen werden. Dazu wird sie mit doppelklebendem Klebeband, an einer planen Blindprobe befestigt, und auf der rotierenden Scheibe erst auf der einen, und dann auf der anderen Seite von Hand geschliffen. Die Enddicke darf höchstens 1 mm betragen.

2.2.2. Dünnung, Allgemeines

Ca. 1 Ltr. des für das betreffende Material richtigen Elektrolyts (Abschn. 3. und 4.) in den Behälter giessen. Die Temperatur regeln (Abschn. 4.). Die zu verwendenden Düsen in die Zelle einsetzen; im allgemeinen werden für 3-mm-Proben (2,3-mm-Proben) 1-mm- Düsen und für 10-mm-Proben, 2,5-mm-Düsen verwendet. Doch benutzt man 2,5-mm Düsen auch für 3-mm-Proben (2,3-mm-Proben), um bei fast stillstehendem Elektrolyt zu polieren. Die Düseneinheiten werden nach Herausnahme des Probenhalters,durch Druck zur Mitte der offenen mittleren Kammer herausgenommen und durch die entgegengesetzte Bewegung wieder eingesetzt. Sie erhalten ihre korrekte Stellung, wenn der Probenhalter zwischen sie gepresst wird. Die Probe so im Probenhalter anbringen, dass sie mit dem Platin Kontakt hat. Den Halter zusammendrücken und in die Zelle setzen. Zur Anwendung der Fotozelle(s. Abschn. 2.2.6.)Die Gleichstromquelle an das Netz anschliessen und auf den gewünschten Polierwert einstellen. Die Pumpe ebenfalls auf den gewünschten Wert einstellen: 0-4 langsam, 4-6 mittel, 6-10 schnell. Den Netzschalter ("Mains") einschalten, dadurch wird die Lampe hinter der Probe eingeschaltet. Hiernach den "Thinn." gekennzeichneten Schalter betätigen der die Pumpe in Gang setzt. Nach 2 Sekunden sind die Polierkammern gefüllt, und wenn die Geschwindigkeit der Pumpe abnimmt, wird der Polierkreislauf automatisch geschlossen. Stromstärke/Spannung justieren. Auch die Pumpe kann justiert werden. Ist man im Zweifel, wieviel Elektrolyt durch die Zelle fliesst, kann man die Vorderkante der Grundplatte ein Zentimeter anheben und den Rückfluss betrachten. Die Probe wird durch die Lupe beobachtet, wobei man den Polierfortschritt verfolgen kann. Gewisse Materialien sind beim Polieren blank und spiegelnd,wärend andere von einer viskosen Anodenschicht (gelbliche bis schwarze Farbe) überzogen sind wenn die richtigen Polierbedingungen herrschen. Das Abstellen des Prozesses richtet sich danach, ob man vordünnt (Abschn. 2.2.3.), elektrolytisch ausschneidet (Abschn. 2.2.4.) oder abschliessend dünnt (Abschn. 2.2.5.) Durch Bedienen des Schalters "Tinn." wird der Motor abgestellt und der Polierstromkreis unterbrochen was auch bei Lochbildung durch die Fotozelle geschehen kann. Den Probenhalter sofort herausnehmen und in einem Spülbad öffnen. Die Probe fällt heraus. Wenn man nicht anschliessend polieren will, sollte auch die Netzspannung und die Gleichstromquelle ausgeschaltet werden.

2.2.3. Vordünnung

In dem Probenhalter, der doppelseitiges Polieren einer Fläche mit 10 mm Durchmesser erlaubt (Extrazubehör, Kennwort TENHO), kann die abgetrennte und evtl. geschliffene Scheibe vorgedünnt werden. Um in den Probenhalter zu passen, darf diese höchstens 1 mm dick und 23 mm im Durchmesser sein.2,5-mm-Düsen (Extrazubehör, Kennwort TEHAH) werden verwendet.Polierverfahren: siehe Abschn. 2.2.2. Es sollte nicht bis zur Lochbildung poliert werden. 5 Minuten genügen in den meisten Fällen. Die Probe soll nach der Vordünnung 0,1 - 0,5 mm dick sein.

2.2.4. Elektrolytisches Ausschneiden

Wenn Tenupol mit 2,5-mm Düsen versehen ist, können im 10-mm-Probenhalter 3-mm-Proben (2,3-mm-Proben) elektrolytisch ausgeschnitten werden. Hierzu die Probe, mit einer Dicke von 0,1 - 0,5 mm , erst in Alkohol entfetten. Danach die eine Seite völlig mit einer säurefesten Klebefolie mit säurefestem Klebemittel abdecken. Die andere Seite innerhalb eines Zirkels mit 10mm Durchmesser mit 1 bis 4 Stück Klebefolie von 3 mm$^{\varnothing}$(2,3 mm$^{\varnothing}$) versehen. Die Klebefolie ist in Sätzen erhältlich (Extrazubehör , Kennwort TENKI). Die Klebefolie sorgfältig gegen die Probe festdrücken und die Probe so in den Probenhalter einsetzen, dass um die kleinen Foliestücke herum eine freie Fläche vorhanden ist, die wegpoliert werden kann. Wenn der Halter in der Zelle angebracht ist, die Verbindung zur Katode in der Seite, wo die Probe ganz bedeckt ist, durch Ausziehen des Steckers unterbrechen. Hiernach wie üblich polieren, bis die freie Fläche verschwunden ist. 1-4 Stück 3-mm-Metallproben (2,3-mm) werden sich jetzt unter den Tapestücken befinden. Die Proben werden jetzt abgenommen und gespült und können hiernach abschliessend gedünnt werden.

2.2.5. Abschliessende Dünnung

Normalerweise poliert man abschliessend 3-mm Proben (2,3-mm-Proben) unter Verwendung von 1-mm-Düsen. Das Verfahren ist wie im Abschn. 2.2.2. beschrieben.Es wird so lange poliert, bis sich gerade ein kleines Loch gebildet hat. Es muss sofort abgestellt werden, wenn Licht durch die von hinten beleuchtete Probe bricht. Mit der Fotozelle (Extrazubehör, Kennwort TENOF) die direkt an die Polier-Zelle angesetzt werden kann, wird der Prozess automatisch abgestellt und ein Summer eingeschaltet.

Den Probenhalter sofort nach dem Abschalten aus der Zelle heben und in einem kleinen, neben der Zelle bereitgestellten Methanol-,Ethanol-oder Aquadestbad (oder ähnliches) auseinandernehmen. Die Probe hiernach mit einer Pinzette in ein Methanol- oder Ethanolbad (oder ähnliches) überführen. Danach wird sie auf ein Stück Filterpapir gelegt, wo sie in wenigen Sekunden trocknet. Danach ist sie zur Beobachtung oder Aufbewahrung klar.

Fertige Proben können unter Vakuum in einem mit Silikagel versehenen Exsikkator aufbewahrt werden. In den meisten Fällen können die Proben auch in Glyzerol aufbewahrt werden das vor dem Angriff der Luft schützt.

Ferromagnetische Materialien können unscharfe Bilder zur Folge haben, weil sie den Elektronenstrahl ablenken. Um eine scharfe Abbildung zu sichern, muss man dafür sorgen, dass entweder um den Strahl Symmetrie besteht oder nur sehr kleine Mengen des ferromagnetischen Materials sich auf dem Probenhalter des Elektronenmikroskops befinden.

Die Symmetrie erreicht man mit einem gleichmässig dicken Rand der Probe und einem Loch in der Proben-Mitte. Geringe Mengen des ferromagnetischen Materials erreicht man durch gutes Vordünnen der Probe (Dicke unter 0,1 mm), d.h. ihr Gewicht wird klein. Sollte dieses noch nicht ausreichen, muss im 10-mm-Probenhalter auf normale Weise bis zur Lochbildung gedünnt werden. Aus der dünnen Folie muss dann mit einem Skalpell ein Stück ausgeschnitten werden, das danach auf einem Netz ins Elektronenmikroskop eingeführt wird.

2.2.6. Fotozelle, Gebrauchsanleitung.

Die Empfindlichkeit der Fotozelle lässt sich mittels eines Knopfes regeln und so einstellen dass dann abgeschaltet wird, wenn das Loch noch klein ist. Die für den jeweiligen Poliervorgang eingestelle Höchstempfindlichkeit kann schwanken, da sich z.B. durch Streulicht und Temperaturerhöhung die Empfindlichkeit der Fotozelle so weitgehend ändern kann, dass der Schwellenwert überschritten und der Poliervorgang unterbrochen wird.

Da die Fotozelle sehr empfindlich ist empfiehlt es sich nicht das TENUPOL-Gerät in direktem Sonnenlicht aufzustellen.

Es wird wie folgt gearbeitet:

Probe einsetzen und das Gerät auf übliche Weise für die auszuführende Dünnung vorbereiten, ohne jedoch die Gleichstromquelle anzuschliessen. Den Reglerknopf der Fotozelle entgegen dem Uhrzeigersinn bis zum Anschlag drehen. Die beiden Schalter am TENUPOL schliessen. Nach etwa zwei Sekunden leuchtet die rote Lampe auf. Nach ca. zwei weiteren Sekunden wird der Fotozellenstromkreis automatisch geschlossen. Danach den Reglerknopf ganz langsam im Uhrzeigersinn nach rechts drehen, bis die Empfindlichkeit so hoch ist, dass die Fotozelle schon auf Temperatur oder Streulichts anspricht, und das Alarmsummen ertönt. Den Knopf dann einen Teilstrich zurückstellen. Die Ausrüstung ist jetzt auf die maximale Empfindlichkeit für die darauffolgende Dünnung eingestellt.

Die Dünnung mit Fotozelle wird hiernach wie ein normaler Dünnungsvorgang durchgeführt (Gleichstrom einschalten). Wenn der Alarm ertönt, werden Pumpenmotor und Polierstrom automatisch abgeschaltet, und die Probe muss schnell gespült und getrocknet werden.

Die Pumpe sollte so schnell laufen, dass sich der Flüssigkeitsspiegel oberhalb der Probe befindet. Sonst kann das Licht durch Brechung so stark abgelenkt werden, dass es die Fotozelle nicht trifft.

Bei sehr niedrigen Temperaturen in der Polierzelle können die Fenster vereisen. Man muss dann von Zeit zu Zeit das Eis entfernen, damit Licht durchdringen kann, z.B. mit Alkohol.

3.1 ELEKTROLYTE für LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL und TENUPOL

A-2 Stahl, Nichtrostende Stähle, Aluminium und Al-Legierungen, Nickel, "Nimonic", Zinn, (Beryllium, Titan, Zirkon, Uran)
Allgemein verwendbarer Elektrolyt für LECTROPOL und MOVIPOL.

A-3 Molybdän, Titan, Zirkon, Vanadium
LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL.

A-5 Uran, Blei, Blei-Zinn, Blei-Zinn-Antimon-Legierungen
LECTROPOL, MOVIPOL. Allgemein verwendbarer Elektrolyt für ELYTOPOL.

A-6 Stahl Aluminium und Al-Legierungen, Kobalt und Co-Legierungen.
LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL.

A-7 Aluminium und Al-Legierungen, Nichtrostende Stähle.
Für TENUPOL besonders geeignet.

A-8 Eisen, Nichtrostende Stähle, Nickel, Kobalt, Zirkonium.
LECTROPOL. Allgemein verwendbar für TENUPOL.

AC-2 Gusseisen, Magnesium, Mg-Legierungen, "Nimonic", Nickel, Weicher Stahl, Nichtrostende Stähle, Beryllium.
LECTROPOL, MOVIPOL.

B-1 Germanium.
LECTROPOL, MOVIPOL.

C-1 Zink, Zink-Legierungen, Magnesium, Mg-Legierungen.
LECTROPOL, MOVIPOL.

D-2 Kupfer, Cu-Legierungen, Messing
LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL, TENUPOL.

E-2 Kupferlegierungen, Bronzen, Messing.
LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL, TENUPOL.

E-5 Stahl mit störenden Einschlüssen, Weicher Stahl, Untersuchungen von Einschlüssen, Gusseisen, Bronzen, Messing.
LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL.

F-1 Wolfram.
LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL.

3.2. Gefahren der Perchlorsäure?

Es kann nicht stark genug betont werden, dass alle Struers Elektrolyte völlig ungefährlich sind.

Es wurden sehr eingehende Untersuchungen über die Möglichkeit von Explosionen angestellt und durch praktische Versuche festgestellt, dass mit unseren Elektrolyten kein Risiko verbunden ist. Perchlorsäure wird in derart geringen Konzentrationen und dazu in ungefährlichen Lösungskomponenten verwendet, dass eine gefährliche Reaktion ausgeschlossen ist.

3.3. Haltbarkeit der Elektrolyte

Die Wirksamkeit der Elektrolyte lässt beim Gebrauch und mit der Zeit nach, was die Polierwirkung beeinträchtigt. Dies gilt besonders für A-2, der nach Mischung der beiden Komponenten eine Haltbarkeit von ca. 3 Monaten hat. A-5 ist dagegen bis zu 6 Monaten haltbar. Die übrigen Elektrolyte haben ebenfalls eine Haltbarkeit von 6 Monaten oder mehr.

Die Haltbarkeit der Elektrolyte hängt verständlicherweise sehr von ihrem Einsatz ab. Bei einem gewissen Verunreinigungsgrad an Metallionen muss ein Elektrolyt gewechselt werden.

4. Dünnungsbeispiele

4.1 Dünnung im 10-mm-Probenhalter

Material	Elektrolyt	Temp. °C	Strömung	Amp.	Volt	Zeit pro 0,1 mm in Sek. ca.	Bemerkungen
Aluminium	A-7	-5			12		
Kupfer	D-2	15	6-7	1,8	28	140	
Messing	D-2	15	6-7	1,2	20	150	
Phosphor-bronze	D-2	15	6-7	1,6	28	160	
Nickel	A-8	15	langsam	0,9	115	190	
Nichtrostender Stahl	A-8	15	sehr langsam	0,8	110	220	
Kohlenstoffstahl	A-8	15	5-7	0,9	115	170	
Eisen	A-8	15			110		
Zirkonium	A-8	15	5-7	0,7	70	140	

4.2. Dünnung im 3-mm-Probenhalter

Material	Elektrolyt	Temp. °C	Strömung	Amp.	Volt	Zeit pro 0,1 mm in Sek. ca.	Bemerkungen
Aluminium	A-7	-5		0,12	12	45	
Kupfer	D-2	15	4	0,3	15	50	
Messing	D-2	15	4	0,10	8	70	
Phosphor-bronze	D-2	15	4	0,2	15	90	
Nickel	A-8	13	langsam	0,13	70	60	
Nichtrosten-der Stahl	A-8	13	sehr langsam	0,13	70	75	
Kohlenstoff-stahl	A-8	13	langsam	0,16	80	50	
Eisen	A-8				70		
Zirkonium	A-8	13	langsam	0,05	30	120	

5. Polierfehler

Ist das Ergebnis des elektrolytischen Polierens nicht befriedigend, müssen die äusseren Bedingungen geändert werden. Es gibt dabei 5 Freiheitsgrade und zwar

a. der Ekektrolyt
b. dessen Strömungsverhältnisse
c. die Temperatur
d. die elektrischen Verhältnisse
e. die geometrischen Verhältnisse

Die geometrischen Verhältnisse sind beim TENUPOL ziemlich festgelegt und können nur durch An- oder Umbau gewisser Teile geändert werden.

Ubrigens gilt beim Polieren mit TENUPOL:

a. Die Zusammensetzung des Elektrolyten ist von grösster Bedeutung für die Qualität der gedünnten Probe. Der Gebrauch eines falschen Elektrolyts erzeugt an der Oberfläche Oxydation und/oder Ätzung oder "Pittings", oder es wird nur eine Seite der Probe poliert, während die andere schwarz und oxydiert erscheint. In diesem Zusammenhang sei erwähnt, dass man nicht aus der Verwendbarkeit eines Elektrolyten zum Polieren eines bestimmten Materials in anderen Geräten (z.B. LECTROPOL) auf seine Verwendbarkeit für die Dünnung desselben Materials im TENUPOL schliessen kann. So hat sich A-2 als ungeeignet für TENUPOL erwiesen. Die Literatur bringt zahlreiche Beispiele für Elektrolyte, die sich zum Dünnen eignen (I. S. Brammar & M.A.P. Dewey: Specimen Preparation for Electron Metallography, Blackwell Scientific Publications, Oxford 1966)

b. Die Elektrolytströmung ist vor allem dafür entscheidend, ob beim Polieren eine viskose Schicht an der Anode aufrechterhalten werden kann. Beim Jetpolieren wird die Schicht zum Teil entfernt. Die zu wählende Elektrolytströmung richtet sich somit vor allem nach dem zu polierenden Material und nach dem zu verwendenden Elektrolyten. Zwischen den optimalen Strömungsbedingungen gibt es grosse Unterschiede, und es ist nicht möglich, allgemeine Richtlinien zu geben.

c. In gewissen Fällen können durch eine Senkung der Temperatur bessere Ergebnisse erziehlt werden. Bei niedriger Temperatur wird langsamer mit weniger Ätzung und Oxydation poliert.

d. Die elektrischen Verhältnisse sind dafür ausschlaggebend, ob man überhaupt eine Politur erreicht. Nur in gewissen Stromdichtebereichen sind die richtigen Bedingungen vorhanden. Bei der Aufnahme einer Stromstärke-Spannungskurve wird man die richtigen Bedingungen dort finden, wo die Stromstärke innerhalb eines Spannungsbereiches ungefähr gleichbleibend ist. Ferner haben einige Wissenschaftler entdeckt, dass man bei gewissen Materialien eine bessere Polierwirkung erzielt, wenn gegen Abschluss mit einer Reihe von Stromschocks poliert wird.

Polierfehler können beim TENUPOL wie folgt eingeteilt werden:

1. Schlechte Politur, d.h. falsche Polierbedingungen, so dass auf einer oder auf beiden Seiten keine spiegelnde Oberfläche erziehlt wird; evtl. Pittings.

2. Politur, aber keine dünne Folie am Rande des Loches.

Zu 1.: Man sollte die elektrischen Stromverhältnisse ändern. Die Spannung war vielleicht zu gering, um den Polierbereich zu erreichen. Pittings treten bei einer zu hohen Stromstärke auf. Eine Senkung der Temperatur kann dazu führen, dass die Poliervorgang in bezug auf die Einstellung der Spannung weniger empfindlich ist.

Änderung der Elektrolytströmung: Eine zu kräftige Strömung kann die Polierschicht entfernen, was mitunter bewirkt, dass eine Seite der Probe nicht poliert wird. Umgekehrt bewirkt eine langsamere Strömung den Aufbau einer notwendigen Polierschicht.

Falls nichts hilft, ist darauf zu schliessen, dass das Material mit dem betreffenden Elektrolyt nicht elektropoliert werden kann. Man muss dann den Elektrolyt wechseln.

Zu 2.: Das Loch kann zu gross geworden sein, so dass die zuerst gebildete dünne Folie ganz verschwunden ist. Wie beim Elektropolieren die Spitzen der Unebenheiten einer Fläche bevorzugt angegriffen werden, wird auch der Rand eines Loches wie eine Unebenheit angegriffen. Besonders bei kräftigem Strahl sollte abgeschaltet werden, während das Loch noch klein ist.

Eine Änderung der Elektrolytströmung kann helfen. Bei einem zu kräftigen Strahl kann sich der Angriff auf eine zu kleine Fläche beschränken. Eine andere Stromdichte sollte probiert werden. Eine Senkung der Temperatur kann ein besseres Profil um das Loch herum ergeben, wegen der geänderten Viskositätsverhältnisse.

Falls nichts hilft, ist anzunehmen, dass der Elektrolyt nicht zum Dünnen des betreffenden Materials geeignet ist, auch wenn er es gut elektropolieren kann. Man sollte dann mit einem anderen Elektrolyt versuchen.

6. Reinigung und Wartung

Rückstande des zuvor verwendeten Elektrolyten können die folgende Polierung beeinträchtigen. Es empfiehlt sich deshalb, die Polierzelle und die Pumpe sorgfältig zu reinigen, ehe ein neuer Elektrolyt eingefüllt wird. Die Reinigung kann wie folgt ausgeführt werden: Den Elektrolytbehälter mit Wasser füllen und das Wasser wie beim normalen Arbeitsgang durch das System pumpen. Nachdem die Pumpe wieder abgestellt ist, Pumpe und Zelle gut abtropfen lassen, da sonst der Elektrolyt mit Wasser verdünnt wird. Hat man Kupfer oder Kupferlegierungen gedünnt, so wird sich möglicherweise an den Katoden ein dünner Kupferbelag gebildet haben. Dieser Belag lässt sich der Spülung mit ein paar Tropfen Salpetersäure entfernen.

TENUPOL nicht unnötig lange in gefülltem Zustand stehen lassen, da die in den Elektrolyt ragenden Teile dadurch angegriffen werden. Besonders kann A-8 die Lebensdauer der Metallteile herabsetzen. Das Gerät nie umdrehen, besonders nicht, wenn sich Elektrolyt in der Pumpe befindet. Der Elektrolyt kann dabei von der Pumpe in den Motor sichern der dann festrostet. Uberhaupt ist darauf zu achten, dass kein Elektrolyt in das Motorgehäuse dringt. Aussen wird das Gerät mit einem in Methanol gefeuchteten Lappen gereinigt.

Eventuelle Reparaturen dürfen in der Garantiezeit nur in Struers' Werkstätten oder bei Struers' Vertretern ausgeführt werden. Reparaturen nach Ablauf der Garantiezeit sollten am besten ebenfalls bei Struers bzw. deren Vertretern oder von anderen Fachleuten durchgeführt werden.

T E N U P O L

INDEX

1 - DESCRIPTION DE L'APPAREIL ET MODE OPERATOIRE. 1

1.1 TENUPOL 1

1.2 Source de courant continu 3

1.3 Equipement supplémentaire pour TENUPOL 3

2 - INSTALLATION ET MODE D'EMPLOI. 5

2.1 Installation 5

2.2 Mode d'emploi 5

2.2.1 Préparation de l'échantillon 5

2.2.2. Amincissement - Généralités 6

2.2.3 Amincissement préliminaire 6

2.2.4 Découpe électrolytique 6

2.2.5 Amincissement final 7

2.2.6. Cellule photoélectrique 8

3 - ELECTROLYTES. 9

3.1 Table des électrolytes 9

3.2 L'acide perchlorique est-il dangereux ? 10

3.3. Vieillissement des électrolytes 10

4 - EXEMPLES D'AMINCISSEMENT. 11

4.1 Amincissement avec porte-échantillon Ø 10 mm 11

4.2 Amincissement avec porte-échantillon Ø 3 mm 12

5 - DEFAUTS AU POLISSAGE. 13

6 - NETTOYAGE ET ENTRETIEN. 14

7 - LISTE DES PIECES DE RECHANGE.

1 - Déscription de l'appareil et de son mode opératoire

1.1 TENUPOL

L'appareil se compose des éléments principaux suivants:

Fig.1.1 Cuve isolée

Fig.1.2 Plaque de montage avec pompe et serpentin de refroidissement

Fig.1.3 Cellule de polissage

Fig.1.4 Unités de buse (2)

Fig.1.5 Porte-échantillon

Fig.1.6 Carter pour moteur de pompe etc.

Fig.1.7 Thermomètre +20/-50°C

Description des composants individuels :

Fig.1.1 Cuve isolée en PVC résistant aux acides

Fig.1.2 Plaque de montage avec pompe et serpentin de refroidissement

La plaque de montage est en PVC résistant aux acides sur laquelle sont montés: la pompe d'électrolyte (Fig. 2.1) et le serpentin de refroidissement (Fig. 2.2)

La pompe d'électrolyte (Fig. 2.1) en acier inoxydable anti-corrosif est une pompe de pression propulsant l'électrolyte par une tubulure (Fig. 2.3), d'où il monte dans les deux chambres de polissage de la cellule de polissage - le refroidissement de l'électrolyte s'effectue à l'aide d'un serpentin dans lequel l'eau circule, si l'on désire opérer aux températures de 15°C environ - pour les températures inférieures, il faut un liquide refroidi par le serpentin de refroidissement. Le TENUPOL est conçu pour des températures allant jusqu'à -50°C (le véhicule de refroidissement doit être de -70°C); un thermomètre (Fig. 1.7) est placé sur l'orifice (Fig. 2.4).

Sur la plaque de montage se trouve le carter (Fig. 1.6) renfermant le moteur et les éléments électriques.

Fig. 1.3 - Cellule de polissage.

La cellule de polissage (Fig. 1.3) est faite en PVC résistant aux acides. Elle se compose de trois compartiments qui sont séparés des unités de buses interchangeables (Fig. 1.4). A l'extrémité arrière se trouve un hublot par lequel est projeté la lumière d'une lampe (Fig. 3.1). La lampe est munie d'une ampoule à lentille incorporée de 3,7 volts, 1 W, alimentée par un transformateur. L'échantillon peut être observé avec une loupe placée à l'avant de la cellule de polissage: le grossissement est environ 2 x - devant la loupe (Fig. 1.9) peut être montée la cellule photoélectrique (voir plus en avant dans le texte) au moyen de deux vis (Fig. 1.15) - l'électrolyte est puisé dans les deux chambres de polissage par les

../..

tubulures (Fig. 2.5) pour être introduit par pression dans les deux unités de buses (Fig. 1.4) d'où il monte dans la chambre du milieu où se trouve le porte-échantillons (Fig. 1.5). L'électrolyte retourne par un trop-plein et les tubes (Fig. 2.6) pour retomber dans la cuve d'électrolyte.

Fig. 1.4 et Fig. 2.7 Unité de buse.

Les deux unités de buse sont faites de polyéthylène à l'exception de la buse elle-même (Fig. 2.8) qui est en teflon. La buse standard a un alésage de 1 mm, mais des unités avec buses d'alésage 2,5 mm peuvent être fournies comme équipement supplémentaire (voir plus en avant dans le texte). Un fil en platine (cathode) (Fig. 2.9) est enroulé autour de la buse. La cathode est munie d'une fiche femelle. Quand l'élément de buse est placé dans la cellule de polissage, la fiche femelle est liée à une fiche banane (Fig. 1.10), laquelle à son tour, par le carter (Fig. 1.6) est mise en connexion avec le pôle négatif du redresseur ou avec une autre source de courant continu.

Fixer l'élément de buse dans la cellule de polissage en pressant le collet (Fig. 2.11) dans la cellule de polissage (en outre, voir paragraphe 2.2.2 : Amincissement - généralités).

Fig. 1.5 et Fig. 2.12: Porte-échantillon.

Le porte-échantillon standard est destiné à l'amincissement des échantillons avec un diamètre extérieur de 3 mm (ou 2,3 mm), épaisseur max. 0,5 mm. Placer l'échantillon dans le guide en platine (Fig. 2.13) lequel au moyen d'un rail en acier inoxydable et d'une douille - est connectée à une fiche banane (Fig. 1.11) qui doit être connectée au pôle positif du redresseur. Les deux moitiés du porte-échantillon sont assemblées en pressant le collet (Fig. 2.14) dans le repli (Fig. 2.15).

Comme équipement supplémentaire un porte-échantillon avec trou Ø 10 mm peut être livrée (voir ci-dessous).

Fig. 1.6 Carter pour moteur de pompe etc.

Le carter renferme: moteur de pompe, commande thyristor pour le moteur de pompe, transformateur 220 V/110V/3V (alimentation du moteur, lampe et cellule photoélectrique) filtre antiparasite, fiche pour le circuit imprimé enfichable portant la commande électronique de la cellule photoélectrique, etc.

Sur la plaque de devant du carter est placé un interrupteur de secteur (Fig. 1.12) avec lampe témoin, un interrupteur pour le courant de polissage et la pompe (Fig. 1.13) avec lampe témoin et un bouton pour réglage de la vitesse du moteur de la pompe (Fig. 1.14).

Le réglage se fait par une commande thyristor (circuit imprimé) et l'échelle indique les variations dans la vitesse de 'Basse' (0) à 'élevée' (10). Le réglage peut être ajusté sur deux potentiomètres situés sur le circuit imprimé. On les voit sur l'avant du carter tout prêt de la cellule de polissage. Le potentiomètre supérieurs est pour l'ajustage fin. Quand l'interrupteur est fermé, la pompe commence à fonctionner à un régime élevé durant deux secondes, pour que les chambres de polissage se remplissent d'électrolyte.

../..

Au bout des deux secondes la pompe fournit automatiquement le débit sur lequel le bouton a été réglé. La lampe témoin s'allume après 2 secondes, indiquant que le circuit de polissage est fermé. De la face postérieure sortent un câble pour le réseau (Fig. 3.3), un câble pour le redresseur (Fig. 3.2) avec fiche pour le bloc de commande POLIPOWER, LECTROPOL ou MOVIPOL (voir section 2.1), deux câbles avec fiches banane noires (Fig. 3.4) pour les unités de buse, câble avec fiche banane rouge (Fig. 3.5) pour le porte-échantillons, câble pour la lampe (Fig. 3.6) et prise (Fig. 3.7) pour connexion de la cellule photoélectrique (équipement supplémentaire, voir ci-dessous).

Spécifications électriques.

Voltage du secteur: 220 V ou 110 V. L'appareil est livré de l'usine pour le voltage indiqué sur la plaque numérotée sur le dos du cabinet. Etant donné que tous les appareils sont livrés avec transformateur, une modification à un autre voltage du réseau ne demande qu'une simple transformation.

Moteur de pompe: moteur à collecteur 220 V, max. 80 W.

Lampe sur la cellule de polissage: 3,7 V, 1 W.

Fusée: 0,5 A.

ATTENTION, la fusée se trouve à l'intérieur de l'appareil. Il est nécessaire d'enlever la chemise du carter (4 vis) afin de changer la fusée.

1.2 Redresseur de courant.

Pour la cellule de polissage de TENUPOL il faut employer un courant de polissage redressé (courant d'amincissement) 0-2,5 A 0 - 100 V.

En principe, tout redresseur approprié peut s'employer; nous recommandons le bloc de commande POLIPOWER, mais le bloc de commande de LECTROPOL de Struers (mot de code LECOC) ou de MOVIPOL (MOVPO) peuvent aussi être employés.

1.3 Equipement supplémentaire pour TENUPOL

Porte-échantillon 10 mm

Au lieu du porte-échantillon normal pour les échantillons Ø 3 mm (2,3 mm) un porte-échantillon pour les échantillons de diamètre minimum 12 mm, maximum 23 mm peut être monté directement dans l'appareil. L'aire amincie est de Ø 10 mm; mot de code TENHO.

Le porte-échantillon 10 mm s'emploie pour l'amincissement des échantillons desquels on désire découper un petit morceau, inférieur à 3 mm. Il se prête également à l'amincissement préliminaire des échantillons qui doivent ensuite être amincis dans le porte-échantillon Ø 3 mm (2,3 mm). Le porte-échantillon Ø 10 mm s'utilise aussi au 'découpage électrolytique' des échantillons Ø 3 mm (2,3 mm) (voir ci-dessous).

../..

Unités de buse 2,5 mm

Au lieu des buses normales avec diamètre intérieur 1 mm, des unités de buse avec diamètre intérieur 2,5 mm peuvent être insérées directement. Mod de code 'TENAH'.

Les buses 2,5 mm s'utilisent pour le polissage de surface de 10 mm, et dans le cas où l'on désire un électrolyte quasi-stagnant pendant le polissage.

Equipement pour 'découpage électrolytique' des échantillons Ø 3 mm (2,3 mm).

L'échantillon une fois prépoli ou aminci jusqu'à une épaisseur de 0,1 - 0,5 mm, un 'découpage' s'impose afin de permettre la fixation de l'échantillon dans le porte-échantillon Ø 3 mm (2,3 mm). Ceci peut se faire dans un outil à estamper normal, cependant avec l'équipement spécial (mot de code TENKI), il est possible de découper les échantillons par voie électrolytique, ce qui exclut toute déformation de structure.

1 - 4 disques de ruban adhésif spécial sont placés sur l'échantillon duquel il faut découper les échantillons, et celui-ci est monté dans le porte-échantillon Ø 10 mm.

Après un polissage de 10 minutes environ, 1 - 4 échantillons de diamètre 3 mm (2,3 mm) sont découpés. Ils sont maintenant prêts pour l'amincissement final.

Cellule photoélectrique. (Voir aussi section 2.2.6)

Si l'on désire que le processus d'amincissement soit interrompu automatiquement quand un trou se produit dans l'échantillon, une cellule photoélectrique (mot de code TENOF) peut être montée sur la cellule de polissage (Fig. 1.2).devant la loupe. Dans le cabinet, des pièces pour l'installation de la partie électronique de la cellule sont déjà montées.

L'équipement de la cellule photoélectrique interrompt l'opération de la pompe et l'alimentation du courant est avertie dès que le moindre trou se produit dans l'échantillon.

La cellule photoélectrique complète avec les parties électronique y appartenant peuvent facilement être montées par l'usagerde l'appareil.

Groupe réfrigérateur.

Le polissage de certaines matières demande une réfrigération plus forte que celle permise par refroidissement à l'eau dans le serpentin de refroidissement. Dans un tel cas il faut connecter un groupe réfrigérateur, susceptible de mettre du liquide refroidissant en circulation à travers le serpentin.

Au moyen d'un groupe réfrigérateur approprié, des températures au-dessous de -50°C peuvent être atteintes.

Comme équipement supplémentaire, STRUERS peut livrer un équipement, par exemple type 'FK' de la Société GEBRUDER HAAKE, qui met le liquide en circulation à 15 centigrades au-dessous de zéro.

Cet équipement peut porter la température d'électrolyte jusqu'à 10 centigrades au-dessous de zéro.

../..

2. Installation et mode d'emploi.

2.1 Installation.

La première chose à faire est de vérifier que le voltage indiqué sur la plaque numérotée au verso du cabinet correspond au voltage du secteur (voir point 1.1, Spécifications électriques).

Ensuite, munir le câble du réseau d'une fiche tel que:

- fil bleu relié à la phase
- fil noir relié au neutre
- fil jaune-vert relié à la terre

Si la source du courant continue est constituée par des appareils pour lesquels les fiches du câble du courant de polissage ne s'adaptent pas, cette fiche doit être remplacée tel que:

- le câble bleu relié au pôle positif
- le câble noir relié au pôle négatif.

Le serpentin de refroidissement peut se connecter au choix, soit à un robinet d'eau, soit à un groupe réfrigérateur au moyen de deux tuyaux.

Montage de cellule photoélectrique: voir les Instructions Spéciales accompagnant la cellule photoélectrique.

2.2 Mode d'emploi.

2.2.1 Préparation de l'échantillon.

La préparation vise à obtenir un disque rond de Ø 3 mm (2,3 mm), épaisseur 0,1 - 0,5 mm. A cet effet, il existe des méthodes telles que l'érosion par étincelage, le dressage au tour, ou découpage mécanique.

La préparation peut aussi être faite avec TENUPOL (voir point 2.2.3 et 2.2.4) à la base d'un disque tronçonné: épaisseur max. 1 mm, diamètre max. 23 mm.

Cette plaque peut par exemple être tronçonnée sur la tronçonneuse DISCOTOM de la manière suivante: un bloc métallique plan est placé comme butée de référence dans une distance de 0,4 - 2 mm, du côté de la meule. Une face plane du métal qui doit être plus tard amincie, est serrée contre le bloc métallique. Le tronçonnage est effectué de façon habituelle, de sorte que la partie se trouvant dans l'espace entre le côté de la meule et le morceau métallique sera tronçonné comme une plaque. Le morceau métallique fournit le refroidissement de la plaque et empêche que la meule ne s'incurve.

La plaque tronçonnée peut maintenant être polie sur papier abrasif SiC. Ceci peut se faire sur KNUTH-ROTOR. Monter la plaque sur un bloc plan au moyen du ruban autocollant double. Il faut d'abord polir sur l'un des côtés, et ensuite sur l'autre, sur le disque en rotation. Le polissage se termine sur papier abrasif 600 mesh; l'échantillon doit alors être épais de 1 mm maximum.

../..

2.2.2 Amincissement. Généralités.

Un litre environ de l'électrolyte approprié pour la matière en question (voir point 3 et 4) est versé dans la cuve. Régler la température (voir point 4). Placer dans la cellule les buses à utiliser. Normalement des buses 1 mm sont employées pour les échantillons 3 mm (2,3 mm), et les buses 2,5 mm pour les échantillons de plus de 10 mm. Cependant, les buses 2,5 mm s'emploient aussi pour les échantillons 3 mm (2,3 mm) si l'on désire un électrolyte presque stagnant. Détacher les unités de buse par pression contre la chambre ouverte au milieu quand le porte-échantillons est enlevé. Les remonter au mouvement inverse. Remettre les unités de buse bien en place, en serrant le porte-échantillon entre elles. Placer l'échantillon dans le porte-échantillon de sorte qu'il entre en contact avec la platine. Fermer le porte-échantillons et l'enfoncer dans la cellule. Si l'équipement de la cellule photoélectrique doit être emploié, voir point 2.2.6. Connecter la source de courant continu au secteur et ajuster sur la valeur désirée pour le polissage. A son tour, la pompe est réglée à la valeur voulue, 0-4: lent, 4 - 6 moyen, 6 - 10 rapide. Fermer l'interrupteur pour le réseau ('Mains') après quoi la lampe derrière l'échantillon s'allume. Fermer l'interrupteur 'Thinning' et la pompe est mise en marche; au bout de deux secondes les chambres de polissage sont remplies, et quand la vitesse de la pompe baisse, le circuit de polissage se ferme automatiquement. Maintenant il est possible d'ajuster l'intensité de courant/voltage et d'ajuster la pompe. S'il y a doute de la quantité d'électrolyte traversant la cellule, on peut enlever le bord avant de la plaque de montage de quelques centimètres et observer l'écoulement. Observer l'échantillon par la loupe et contrôler la marche du polissage. Certaines matières doivent être brillantes et luisantes pendant le polissage, tandis que d'autres doivent être vêtues d'une couche anodique visqueuse de couleur jaunâtre tirant vers le noir, pour que les conditions de polissage soient justes. Le moment de couper le processus dépend des faits suivants: si l'on est en train de pré-amincir (voir point 2.2.3) ou de découper électrolytiquement (voir point 2.2.4), ou si l'on effectue l'amincissement final (voir point 2.2.5). Pour terminer le polissage, il faut ouvrir l'interrupteur 'Thinning', ainsi que le moteur et le circuit de courant de polissage seront arrêtés. L'équipement de la cellule photoélectrique peut aussi faire cette interruption à la formation d'un trou. Retirer immédiatement le porte-échantillon et le démonter dans un bain de rinçage au cours duquel l'échantillon se détachera. A moins qu'un nouveau polissage doit avoir lieu tout de suite, il faut aussi couper l'alimentation électrique du secteur et la source de courant continu.

2.2.3 Amincissement préliminaire.

Dans le porte-échantillon permettant un polissage bilatéral d'une surface de Ø 10 mm (équipement supplémentaire, mot de code TENHO) la plaque tronçonnée - et peut-être prépolie - peut être préamincie. Pour que la plaque s'adapte dans le porte-échantillon, son épaisseur ne doit pas dépasser 1 mm, et le diamètre doit être au maximum 23 mm. Les buses de Ø 2,5 mm s'emploient (équipement supplémentaire, mot de code TENAH). Procéder comme au polissage: voir section 2.2.2. Il faut arrêter le polissage avant qu'un trou ne se produise dans l'échantillon; le plus souvent, cinq minutes suffisent. Après le préamincissement, l'échantillon doit être épais de 0,1 - 0,5 mm.

2.2.4 Découpage électrolytique.

Quand le TENUPOL est muni de buses 2,5 mm, des échantillons Ø 3 mm (2,3 mm) peuvent se découper électrolytiquement dans le porte-échantillon 10 mm. L'échantillon épaisseur 0,1 - 0,5 mm doit être dégraissé dans l'alcool. L,une des faces doit être couverte entièrement par un ruban adhésif spécial à colle résistant à l'acide.

../..

L'autre face doit être couvert par 1 - 4 morceaux de ruban adhésif Ø 3 mm (2,3 mm) dans un cercle de Ø 10 mm. Le ruban auto-collant est livré comme accessoire (équipement supplémentaire, mot de code TENKI). Presser le ruban adhésif soigneusement vers l'échantillon et placer ce dernier dans le porte-échantillon laissant ainsi libre de polissage autour des petits morceaux de ruban.

Le porte-échantillon une fois mis dans la cellule, couper la connexion à la cathode au côté où l'échantillon est entièrement couvert, en rétirant la fiche. Procéder avec le polissage comme à l'ordinaire, jusqu'à ce que la surface libre ait disparue. 1 - 4 échantillons métalliques Ø 3 mm (2,3 mm) se trouveront alors sous les morceaux du ruban adhésif; détacher les échantillons et les rincer à l'eau après quoi ils sont prêts pour l'amincissement final.

2.2.5 Amincissement final.

L'amincissement final est normalement constitué par polissage des échantillons Ø 3 mm (2,3 mm) avec l'usage des buses de 1 mm. Le procédé est le même que celui décrit sous 2.2.2. Polir jusqu'au moment où un petit trou vient de se produire. Arrêter le processus dès que la lumière apparaît. Si l'on désire couper le processus manuellement, il faut constamment surveiller l'échantillon vers la fin du processus, avec la main prête sur l'interrupteur. Dès que la lumière est observée, il faut interrompre le processus. Une cellule photoélectrique (équipement supplémentaire, mot de code TENOF) à monter directement sur la cellule, coupera le processus automatiquement et déclenchera une sonnerie.

Immédiatement après que le processus soit interrompu, le porte-échantillon est retiré de la cellule et démonté dans un petit bain de méthanol H, éthanol H, ou eau distillée, placé au côté de la cellule.

L'échantillon est rincé à nouveau dans un autre bain de méthanol ou d'éthanol (ou pareil) par une paire de pinces. Ensuite le mettre à sécher sur papier à filtrer, et au bout de quelques secondes il est sec et prêt à l'examen ou au stockage.

Les échantillons finis peuvent être conservés sous vide dans un dessicateur muni de gel de silice. Le plus souvent on peu aussi employer du glycérol qui protège contre l'attaque de l'air.

Des substances ferro-magnétiques peuvent causer des images qui ne sont pas nettes, étant donné qu'elles dévient le rayon électronique si elles sont présentes en quantités considérables et arrangées assymétriquement par rapport au rayon. Afin de s'assurer une image nette il est nécessaire de prendre soin que l'échantillon soit arrangé de façon symétrique ou bien que la substance ferro-magnétique ne soit présente qu'en de très faibles quantités dans le porte-échantillon du microscope électronique. La première condition exige que le bord de l'échantillon ait une épaisseur uniforme et que le trou se trouve au centre.

La deuxième condition exige le procédé suivant:

Si - avant l'amincissement final - l'amincissement est poussé jusqu'à 0,1 mm ou dessous, le poids de l'échantillon final sera trop faible. Si l'on n'obtient pas des quantités suffisamment petites, il faut amincir jusqu'à ce qu'un trou de produise dans le porte-échantillon 10 mm de la manière normale. Ensuite, découper avec un scalpel un morceau de la feuille amincie et le mettre sur un filet dans le microscope électronique.

../..

2.2.6. Mode d'emploi de l'équipement de cellule photoélectrique.

Afin d'exploiter au maximum l'équipement de cellule photoélectrique ainsi qu'il puisse s'arrêter déjà pendant que le trou dans l'échantillon est petit, l'équipement est muni d'un bouton pour régler la sensibilité. Celui-ci permet d'ajuster à la sensibilité maximale utile pour le polissage en question. Cette sensibilité peut varier d'un polissage à un autre, par exemple de la lumière vagabonde et une montée de température seraient susceptibles d'influer sur le courant d'obscurité de la cellule photoélectrique à un tel dégré que la valeur de seuil sera dépassée et le processus sera coupé.

La cellule photoélectrique est très sensible et nous décommandons de placer TENUPOL directement au soleil.

Le procédé est le suivant:

Insérer l'échantillon et préparer l'appareil de manière habituelle pour l'amincissement à faire, cependant, il ne faut pas brancher la source du courant continu. Tourner au fond et contre les aiguilles le bouton de réglage sur la boîte de cellule photoélectrique. Fermer les deux commutateurs sur TENUPOL; au bout de deux secondes environ la lampe rouge s'allume. Après deux secondes ultérieures le circuit de la cellule photoélectrique se ferme automatiquement. Par la suite, tourner tout doucement le bouton d'ajustage avec les aiguilles, jusqu'à ce que la sensibilité soit aussi grande que la cellule photoélectrique réagisse et que l'avertisseur bourdonne uniquement à cause du courant d'obscurité. Ensuite tourner le bouton en arrière (un trait de division) et l'équipement est ajusté à la sensibilité maximale pour l'amincissement subséquent. L'amincissement à cellule photoélectrique s'effectue ensuite comme au polissage normal. (Connecter la source de courant continue). Quand l'avertisseur bourdonne, le moteur de pompe et le courant de polissage sont arrêtés automatiquement et l'échantillon est prêt pour un rinçage et séchage rapides.

Il faut que la pompe marche aussi vite que la surface du liquide soit au-dessus de l'échantillon. Autrement la réfraction de la lumière est tellement forte que la lumière ne tombe pas sur la cellule photoélectrique.

Une température très basse dans la cellule de polissage puisse avoir pour résultat que les hublots seraient couverts de glace.

Alors il faut de temps en temps enléver la glace, par exemple par l'alcool, pour que la lumière ne soit pas dispersée.

3. ELECTROLYTES

3.1 Electrolytes pour LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL et TENUPOL

A-2 Acier, acier inoxydable, aluminium et alliages légers, nickel 'Nimonic', étain, (béryllium), (titane), (zirconium), (uranium), L'électrolyte le plus fréquemment employé avec LECTROPOL et MOVIPOL.

A-3 Molybdène, titane, zirconium, vanadium: pour LECTROPOL, MOVIPOL et ELYTOPOL.

A-5 Uranium, plomb, alliages plomb-étain, plomb-étain-antimoine. L'électrolyte le plus fréquemment employé avec ELYTOPOL. LECTROPOL et MOVIPOL.

A-6 Acier, aluminium et alliages légers, cobalt et alliages de cobalt: pour LECTROPOL, MOVIPOL et ELYTOPOL.

A-7 Aluminium et ses alliages. Acier inoxydable. Spécialement approprié pour TENUPOL.

A-8 Fer, acier inoxydable, nickel, cobalt, zirconium. L'électrolyte le plus fréquemment employé avec TENUPOL. LECTROPOL.

AC-2 Fonte, magnésium, alliages ultra-légers, 'Nimonic', nickel, acier à faible teneur en carbone, acier inoxydable, béryllium; Pour LECTROPOL et MOVIPOL.

B-1 Germanium: pour LECTROPOL et MOVIPOL.

C-1 Zinc, alliages de zinc, magnésium, alliages ultra-légers: Pour LECTROPOL et MOVIPOL.

D-2 Cuivre, alliages de cuivre, laiton: Pour LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL, TENUPOL.

E-2 Alliages de cuivre, bronze, laiton: Pour LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL.

E-5 Acier avec impuretés, acier à faible teneur en carbone. Recherche des inclusions. (Fonte). Bronze, laiton. LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL.

F-1 Tungstène: Pour LECTROPOL, MOVIPOL, ELYTOPOL.

3.2. Dangers de l'acide perchlorique.

Il importe d'insister tout particulièrement sur le fait qu'aucun des électrolytes de STRUERS ne présente de danger. Nous avons effectué des recherches très poussées sur les risques d'explosions, des essais pratiques nous ont permis de constater qu'avec nos électrolytes aucun risque n'intervient. Ils sont employés avec des concentrations si faibles en acide perchlorique et sous forme de constituants présentant une telle sécurité que tout risque de réaction dangereuse est exclu.

3.3 Stabilité des électrolytes.

La stabilité des électrolytes diminue avec l'usage et le temps, ce qui en compromet l'efficacité. Ceci s'applique particulièrement à A-2 qui après le mélange des 2 composants a une stabilité de trois mois environ. Pour cette raison A-2 est livré en 2 composants qui sont à mélanger immédiatement avant usage.
Par contre A-5 va jusqu'à six mois. Les autres électrolytes ont de même une stabilité de six mois et plus. Il est néanmoins clair que l'usage d'un électrolyte est la principale cause de son usure. Il faut changer un électrolyte dès qu'il atteint une certaine concentration en ions métalliques.

4. Exemples de l'amincissement.

4.1. Amincissement dans porte-échantillons 10 mm.

Matières	Electrolyte	Température	Débit de la pompe à électrolyte	Amp.	Volt	Durée approx. pour 0,1 mm
Aluminium	A-7	-5°			12	
Cuivre	D-2	15°	7	1,8	28	140
Laiton	D-2	15°	7	1,2	20	150
Bronze phosphorique	D-2	15°	7	1,6	28	160
Nickel	A-8	15°	lente	0,9	115	190
Acier inox.	A-8	15°	très lente	0,8	110	220
Acier au Carbonne	A-8	15°	moyen	0,9	115	170
Zirconium	A-8	15°	moyen	0,7	70	140

4.2. Amincissement dans porte-échantillons 3 mm. (2,3 mm)

Matières	Electrolyte	Température	Débit de la pompe à électrolyte	Amp.	Volt.	Durée approx. pour 0,1 mm en secondes.
Aluminium	A-7	-5		0,12	12	45
Cuivre	D-2	15	4	0,3	15	50
Laiton	D-2	15	4	0,1	8	70
Bronze phosphorique	D-2	15	4	0,2	15	90
Nickel	A-8	15	lente	0,13	70	60
Acier inoxydable	A-8	15	très lente	0,13	70	75
Acier au Carbonne	A-8	15	lente	0,16	80	50
Zirconium	A-8	15	lente	0,05	30	120

5. Défauts de polissage.

Si un polissage électrolytique n'est pas satisfaisant, il faut modifier les conditions du milieu ambiant et l'on aura ici 5 critères qui sont essentiels, soit:

a. L'électrolyte
b. Conditions de courant
c. La température
d. Les conditions électriques
e. Les conditions géométriques

Les conditions géométriques de l'appareil TENUPOL sont assez fixes et ne peuvent seulement être changées par addition ou modification de certains éléments.

Pour polissage dans TENUPOL, il faut d'ailleurs prendre en considération:

a. La composition de l'électrolyte est de la plus grande importance pour la qualité du polissage. L'usage d'un électrolyte mal approprié se manifestera par un polissage de mauvaise qualité, par une surface oxydée ou attaquée, par une surface avec 'pitting' ou par un polissage unilatéral, c'est-à-dire que seulement l'un des côtés de l'échantillon est poli, tandis que l'autre reste noir et oxidé. Dans cette relation d'idée, il faut préciser qu'il ne faut pas conclure qu'un électrolyte qui peut polir une certaine matière sur d'autres appareils (par ex. LECTROPOL) se prête pour l'amincissement de cette matière sur TENUPOL. Ainsi, il s'est avéré que A-2 ne se prête pas pour TENUPOL. La littérature donnera de nombreux exemples des électrolytes se prêtant parfaitement pour l'amincissement, (voir: I.S. Brammer & M.A.P. Dewey: Specimen Preparation for Electron Metallography. Blackwell Scientific Publications, Oxford 1966).

b. Le courant d'électrolyte détermine tout d'abord si une couche visqueuse peut être maintenue sur l'anode durant le polissage. Le polissage à jet tend à enlever la couche: la question de savoir sur quel courant d'électrolyte il faut ajuster l'appareil, dépend ainsi en premier lieu de la manière à polir électrolytiquement et de l'électrolyte.

   Il y a une grande différence des conditions de courants optimales, et il n'est pas possible de donner des directions générales.

c. Dans certains cas un abaissement de la température donnerait des résultats améliorés. Une température plus basse donnera un polissage plus lent mais moins d'attaque et d'oxydation.

d. Bien entendu, les conditions électriques constituent un facteur déterminant de ce qu'on obtient pour un polissage, car dans la limite de certaines fourchettes de densité de courant, les conditions seront bonnes. En traçant une courbe ampérage - voltage on trouvera les conditions correctes de polissage, où l'ampérage est presque constant pour le voltage réel. En outre, certains utilisateurs ont établi que pour certaines matières un meilleur polissage s'obtient si une série de déviations de courant se produit à la fin du polissage.

../..

Défauts de polissage au TENUPOL peuvent se diviser en:

1. Mauvais polissage, c'est-à-dire de fausses conditions de polissage ainsi qu'une surface brillante non obtenue sur l'un ou l'autre, ou sur les deux côtés; éventuellement des 'pittings' sont produites.

2. Polissage, mais sans qu'il se produise une zone suffisamment amincie autour du trou.

Ad.1. Il faut essayer de changer les conditions de courant électrique. Le voltage a peut-être été trop faible pour atteindre la fourchette de polissage. Les 'pittings' peuvent provenir d'une densité de courant trop élevée. Un abaissement de la température peut avoir pour résultat que le polissage ne soit pas aussi sensible à l'ajustage du voltage. Modification du courant de l'électrolyte. Un courant plus fort peut démolir la couche de polissage, ce qui est parfois la cause de non-polissage de l'une des faces de l'échantillon.

Un courant plus lent peut permettre la regénération de la couche de polissage nécesaire. Si l'effet visé n'est pas obtenu, il faut envisager que la matière ne peut pas être polie avec l'électrolyte en question, et il faut en essayer un autre.

Ad.2. Il peut arriver que le trou soit devenu trop grand ou que la feuille mince produite la première a de nouveau disparue. De même qu'un polissage électrolytique attaquera les saillies des rugosités sur une surface, il attaquera le bord d'un trou comme étant une rugosité. Surtout a un effet de jet vigoureux, il faut donc s'arrêter pendant que le trou est petit.

Une modification du courant de l'électrolyte peut être utile. Un jet trop fort peut attaquer une surface trop petite. Il faut aussi essayer une autre densité du courant électrique. L'abaissement de la température peut donner un meilleur profil autour du trou, peut-être à cause des conditions de viscosité améliorées.

Si rien n'y fait, il faut supposer que l'électrolyte n'est pas indiqué pour l'amincissement de la matière intéressée, bien qu'il puisse le polir électrolytiquement.

Essayer avec un autre électrolyte.

6. Nettoyage et Entretien.

Des résidus de l'électrolyte employé précedemment peuvent nuire au prochain polissage. Il faut donc nettoyer avec soin la cellule et la pompe avant le remplissage du nouvel électrolyte. On peut procéder comme suit:

Remplir d'eau la cuve d'électrolyte et pomper de façon normale le liquide à travers le système. Après l'interruption, la pompe et la cellule doivent s'égoutter complètement, autrement, l'électrolyte sera dilué avec l'eau. Si l'on vient d'amincir du cuivre ou des alliages de cuivre, il peut en rester sur les cathodes. Ces restes s'enlèvent au moyen de quelques gouttes d'acide nitrique avant le rinçage.

../..

Ne pas laisser d'électrolyte dans le TENUPOL, étant donné que les parties immergées peuvent alors être attaquées.

En particulier A-8 pourra réduire la durée de vie des parties métalliques. Ne jamais tourner l'appareil le fond à l'air, surtout quand il y a de l'électrolyte dans la pompe.

L'électrolyte peut suinter de la pompe au moteur, qui, par ce fait, peut être détérioré par la corrosion.

Comme règle générale, veiller à ce que l'électrolyte ne touche pas le carter du moteur.

A l'extérieur nettoyer l'appareil avec un chiffon mouillé de méthanol ou d'alcool.

Pendant la période de garantie, les réparations éventuelles ne peuvent être entreprises que dans les ateliers de STRUERS ou chez les agents de STRUERS.

Après l'expiration de la période de garantie, il est également préférable que les réparations soient effectuées par STRUERS ou par ses agents spécialistes.